



SKRIPSI

SINTESIS ZEOLIT Y DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG DENGAN VARIASI WAKTU KRISTALISASI

Ahmad Junaydi
NRP 1412 100 039

Pembimbing
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016



SCRIPT

DIRECT SYNTHESIS OF ZEOLITE Y FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG WITH VARIATION OF CRYSTALLIZATION TIME

Ahmad Junaydi
NRP 1412 100 039

Supervisor
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS ZEOLIT Y DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG DENGAN VARIASI WAKTU KRISTALISASI

SKRIPSI

Disusun Oleh :

AHMAD JUNAYDI

NRP. 1412 100 0

Surabaya, 2 Agustus 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002



SINTESIS ZEOLIT Y DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG DENGAN VARIASI WAKTU KRISTALISASI

Nama : Ahmad Junaydi
NRP : 1412100039
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu kristalisasi terhadap sintesis zeolit Y dari kaolin secara langsung (tanpa metakaolinisasi). Zeolit Y disintesis melalui tiga tahap, yaitu pembuatan *seed gel*, pembuatan *feedstock gel* dan pembuatan *overall gel* yang diikuti dengan proses hidrotermal. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi infra merah (FTIR), difraksi sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). Hasil karakterisasi XRD dan FTIR menunjukkan bahwa fase zeolit Y terbentuk pada waktu kristalisasi 4-12 jam dengan intensitas yang semakin meningkat dan mengalami penurunan pada waktu 18-24 jam. Fase pengotor zeolit P terbentuk pada waktu kristalisasi 4-12 jam, setelah itu mengalami penurunan pada waktu 18-24 jam. Fase pengotor lain hidroksi sodalit terbentuk dengan intensitas yang meningkat pada waktu 4-24 jam. Waktu kristalisasi tidak begitu berpengaruh terhadap perbedaan ukuran agregat partikel dan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ produk yang dihasilkan.

Kata kunci: Hidroksi sodalit, kaolin, zeolit P, zeolit Y, waktu kristalisasi

DIRECT SYNTHESIS OF ZEOLITE Y FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG WITH VARIATION OF CRYSTALLIZATION TIME

Name : Ahmad Junaydi
NRP : 1412100039
Department : Chemistry -ITS
Supervisor : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstract

The purpose of this research was to study the effect of crystallization time on the direct synthesis of zeolite Y from kaolin (without metakaolination). Zeolite Y was synthesized through three stages, namely compounding seed gel, compounding feedstock gel and making overall gel followed by hydrothermal process. Solid products obtained were characterized using infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX). The result of XRD and FTIR characterization indicate that the zeolite Y phase formed with increasing of intensity at crystallization time 4-12 hours and decreased at 18-24 hours. Impurity phase zeolite P formed at crystallization time 4-12 hours, after that it decreased at 18-24 hours. Another impurity phases hydroxy sodalite formed with increasing intensity at 4-24 hours. Crystallization time difference was not so influential on aggregate particle size and ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ of products.

Key word: Crystallization time, Hydroxy sodalite, kaolin, zeolite P, zeolite Y

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
Abstrak.....	v
Abstract.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Zeolit.....	5
2.2 Zeolit Y.....	9
2.2.1 Sintesis Zeolit Y.....	9
2.2.2 Pengaruh Waktu Hidrotermal.....	10
2.3 Kaolin.....	11
2.4 Karakterisasi.....	13
2.4.1 Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction/XRD).....	14
2.4.2 Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	14
2.4.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).....	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	19
3.1 Alat dan Bahan.....	19
3.1.1 Alat.....	19

3.1.2 Bahan.....	19
3.2 Prosedur Sintesis.....	19
3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis.....	21
3.3.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	21
3.3.2 Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	21
3.3.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Sintesis Zeolit Y.....	23
4.2 Karakterisasi Zeolit Y.....	25
4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	25
4.2.2 Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	29
4.2.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).....	32
BAB V KESIMPULAN.....	39
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA.....	41
LAMPIRAN.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Sudut refleksi fasa (2θ) hasil sintesis.....	27
Tabel 4.2 Intensitas puncak tertinggi fase zeolit Y, zeolit P dan hidroksi sodalit.....	28
Tabel 4.3 Bilangan gelombang puncak serapan spektra inframerah sampel Zeolit Y hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal.....	31
Tabel 4.4 Hasil analisis EDX sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam.....	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tetrahedral alumina dan silika (TO_4) pada struktur zeolit.....	6
Gambar 2.2 Unit Bangun Sekunder Struktur Zeolit.....	7
Gambar 2.3 Skema Pengembangan Kerangka Zeolit.....	8
Gambar 2.4 Pengaruh Waktu Hidrotermal Terhadap Kristalinitas Zeolit.....	10
Gambar 2.5 Struktur atom dari kaolin.....	11
Gambar 2.6 Difraktogram sinar-X zeolit Y.....	14
Gambar 2.7 Spektra inframerah zeolit Y.....	17
Gambar 2.8 Mikrograf SEM zeolit Y.....	18
Gambar 4.1 Pola difraktogram sinar-X kaolin, zeolit Y standar, sampel dengan variasi waktu 4,6, 12, 18 dan 24 jam.....	26
Gambar 4.2 Grafik waktu hidrotermal terhadap intensitas fase...29	
Gambar 4.3 Spektra inframerah kaolin; zeolit Y standar; sampel zeolit Y variasi 4, 6, 12, 18 dan 24 jam.....	30
Gambar 4.4 Mikrograf SEM kaolin Bangka Belitung.....	34
Gambar 4.5 Mikrograf SEM sampel zeolit Y variasi 6 jam.....	34
Gambar 4.6 Mikrograf SEM zeolit Y variasi 12 jam.....	35
Gambar 4.7 Mikrograf SEM zeolit Y variasi 24 jam.....	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit Y.....	47
A1. Pembuatan <i>Seed Gel</i>	47
A2. Pembuatan <i>Feedstock Gel</i>	47
A3. Pembuatan <i>Overall Gel</i>	48
Lampiran B : Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y.....	49
B1. Persentase Komposisi Bahan.....	49
B2. Pembuatan <i>Seed Gel</i>	49
B3. Pembuatan <i>Feedstock Gel</i>	52
Lampiran C : Data Karakterisasi.....	55
C1. Data XRD.....	55
C1.1 Kaolin Bangka Belitung.....	55
C1.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 4 jam.....	56
C1.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam.....	57
C1.4 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam.....	58
C1.5 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam.....	59
C1.6 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam.....	60
C2. Data FTIR.....	61
C2.1 Kaolin Bangka Belitung.....	61
C2.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 4 jam.....	62
C2.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam.....	63
C2.4 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam.....	64
C2.5 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam.....	65
C2.6 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam.....	66

C3. Mikrograf SEM.....	67
C3.1 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam.....	67
C3.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam.....	68
C3.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam.....	69
C4. Data EDX.....	70
C4.1 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam.....	70
C4.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam.....	70
C4.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam.....	71

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan material kristal aluminosilikat hidrat berpori yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi yang dibentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Chetam, 1992). Dalam kerangka zeolit terdapat rongga-rongga terbuka yang diisi oleh ion logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Ion logam tersebut menyeimbangkan muatan negatif yang dimiliki oleh $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan dapat berpindah posisi melalui pertukaran kation (Flanigen *et al.*, 2010). Zeolit telah banyak diaplikasikan dalam industri terutama sebagai katalis, adsorben, dan penukar ion (Xu *et al.*, 2007).

Zeolit Y merupakan salah satu jenis zeolit yang tersusun dari kerangka (*framework*) tipe faujasit dengan rasio Si/Al 1,5-3,0. Struktur kerangka faujasit zeolit Y tersusun dari cincin 6 ganda yang membentuk *supercage* dengan 12 cincin pori terbuka yang terorientasi secara tetrahedral (Xu *et al.*, 2007). Diameter pori kerangka zeolit Y berukuran 0,74 nm dan *supercage* sebesar 1,3 nm (Zhao *et al.*, 2016). Struktur pori 3 dimensi zeolit Y dan keasamannya yang cukup kuat menjadikannya dapat diaplikasikan sebagai katalis, penukar ion dan adsorben (Mohamed *et al.*, 2015).

Sintesis zeolit Y (begitu juga zeolit lainnya) pada umumnya menggunakan metode kristalisasi secara hidrotermal, yaitu teknik kristalisasi partikel prekursor pada temperatur dan tekanan uap yang tinggi dengan media pelarut air (Lobachev, 1973). Bahan baku (*raw material*) yang digunakan dalam sintesis zeolit sebagai sumber silika dan alumina dapat berasal dari bahan komersial seperti natrium aluminat, ludox dan natrium metasilikat (Hiyoshi, 2012; Yao *et al.*, 2008). Selain itu, *raw material* alternatif dari bahan alam atau limbah juga dapat digunakan.

Penelitian tentang sintesis zeolit Y dari bahan komersial antara lain dilaporkan oleh Oyinate *et al.* (2016), dimana bahan

yang digunakan adalah alumina dan natrium metasilikat dengan komposisi 7,99 Na₂O : 1 Al₂O₃ : 20,2 SiO₂ : 323,41 H₂O dan variasi waktu hidrotermal 5-7 jam pada variasi suhu 90-100°C. Sintesis zeolit menggunakan bahan komersial memerlukan biaya yang cukup mahal. Oleh karena itu, para peneliti mengembangkan sintesis zeolit menggunakan bahan alternatif yang relatif lebih ekonomis. Bahan-bahan tersebut adalah bahan dari limbah antara lain limbah abu layang (*fly ash*) batubara (Rayalu *et al.*, 2005), ampas tebu (Zahro *et al.*, 2014), abu sekam padi (Mohamed *et al.*, 2015) dan bahan alam seperti ilit (Mezni *et al.*, 2011), bentonit (Musyoka *et al.*, 2014) serta kaolin (Ayele *et al.*, 2015).

Kaolin merupakan bahan alam yang termasuk salah satu jenis tanah lempung (*clay*) berwarna putih keabu-abuan yang mengandung komponen utama mineral kaolinit [Al₂Si₂O₅(OH)₄]. Secara teoritis kaolin mengandung SiO₂ 46,54%; Al₂O₃ 39,50% dan H₂O 13,96% (Prasad *et al.*, 1991; Murray, 2000). Kandungan SiO₂ dan Al₂O₃ yang cukup tinggi pada kaolin menjadikannya dapat digunakan sebagai *raw material* pilihan untuk sintesis zeolit. Penelitian sintesis zeolit Y dari kaolin diantaranya dilakukan oleh Kovo *et al.* (2009) yang menggunakan kaolin Ahoko Nigeria melalui metakaolinasi dengan rasio molar prekursor gel 15 Na₂O : Al₂O₃ : 15 SiO₂ : 450 H₂O yang diperam selama 48 jam pada suhu kamar dan dihidrotermal pada suhu 90°C selama 3, 6 dan 9 jam. Sintesis tersebut menghasilkan zeolit Y pada waktu kristalisasi 6 dan 9 jam.

Pada umumnya, sintesis zeolit dari kaolin dilakukan melalui proses metakaolinasi (dehidroksilasi), yaitu proses untuk mentransformasi kaolinit menjadi fase metastabil dalam bentuk metakaolin yang amorf. Metakaolin bersifat lebih reaktif sehingga lebih mudah diubah menjadi zeolit (Kovo *et al.*, 2009). Beberapa literatur menyatakan bahwa untuk mentransformasi kaolin menjadi metakaolin diperlukan pemanasan pada suhu sekitar 600-650°C selama rentang waktu tertentu (Arjita *et al.*, 2002; Alkan *et al.*, 2005; Marcelo *et al.*, 2007). Dalam skala industri, hal tersebut

membuat biaya produksi zeolit menjadi kurang ekonomis. Sintesis zeolit dari kaolin menggunakan metode langsung tanpa metakaolinasi dapat menjadi pilihan alternatif yang perlu untuk dikaji.

Waktu hidrotermal merupakan salah satu faktor penting yang memengaruhi sintesis zeolit. Semakin lama waktu hidrotermal, kristalinitas produk yang dihasilkan akan semakin meningkat. Akan tetapi, dalam sintesis zeolit Y hal tersebut tidak berlaku secara mutlak. Peningkatan waktu hidrotermal dalam batas waktu tertentu akan menurunkan kristalinitas zeolit Y dan meningkatkan pembentukan fasa zeolit P. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Mohamed *et al.* (2015) dimana zeolit Y disintesis dari abu sekam padi dengan rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2$ melalui proses hidrotermal pada suhu 110°C selama 12, 24, 36 dan 48 jam. Pada suhu 12°C zeolit Y terbentuk dengan kristalinitas relatif mendekati 65%. Akan tetapi setelah suhu 24°C, terjadi penurunan kristalinitas zeolit Y dan pembentukan zeolit P yang kristalinitasnya semakin meningkat dengan peningkatan waktu hidrotermal.

Berdasarkan hal di atas, penulis melakukan studi untuk mensintesis zeolit Y dengan metode langsung tanpa melalui tahap metakaolinasi. Sintesis zeolit Y melalui proses hidrotermal memerlukan ketepatan waktu untuk menghasilkan produk dengan intensitas yang tinggi dan meminimalisir terbentuknya pengotor fasa zeolit P. Maka, penulis mengkaji pengaruh waktu hidrotermal terhadap produk sintesis yang dihasilkan.

1.2 Permasalahan

Permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh waktu kristalisasi terhadap sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sintesis zeolit Y menggunakan bahan baku kaolin Bangka Belitung, natrium hidroksida, natrium aluminat, dan air demineralisasi.
2. Sintesis dilakukan dengan metode langsung tanpa melalui proses metakaolinasi
3. Proses hidrotermal (kristalisasi) dalam sintesis dilakukan selama variasi waktu 4, 6, 12, 18, dan 24 jam.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh waktu kristalisasi terhadap sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

1.5 Manfaat

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan rujukan mengenai sintesis zeolit Y dari kaolin dengan metode langsung serta pengaruh waktu hidrotermal terhadap hasil sintesis yang didapatkan.

BAB II

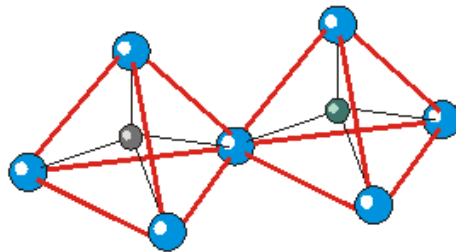
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Zeolit merupakan material aluminosilikat mikropori tiga dimensi dengan struktur kristalin yang baik. Kerangka zeolit dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral SiO_4 dan AlO_4^- . Kombinasi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4^- didasarkan pada aturan Lowenstein, yang menetapkan bahwa pada struktur zeolit dua tetrahedral AlO_4^- bertetangga tidak dapat terkoneksi melalui jembatan oksigen. Zeolit memiliki pori-pori berskala molekular dengan rentang ukuran 0,3–1,5 nm (Chester *et al.*, 2009). Zeolit adalah katalis yang sangat penting dalam industri terutama untuk *cracking* dan petrokimia. Selain itu, zeolit merupakan katalis hasil sintesis kimia yang baik dan ramah lingkungan (Cejka *et al.*, 2002). Beberapa contoh zeolit adalah ZSM-5, Zeolit Y, Zeolit Beta, dan Zeolit A. Diantara zeolit tersebut, ZSM-5 paling banyak digunakan sebagai katalis industri terutama transformasi hidrokarbon aromatik yang meliputi reaksi alkilasi, disproporsionasi, transalkilasi, dan isomerisasi (Iliyas, 2004).

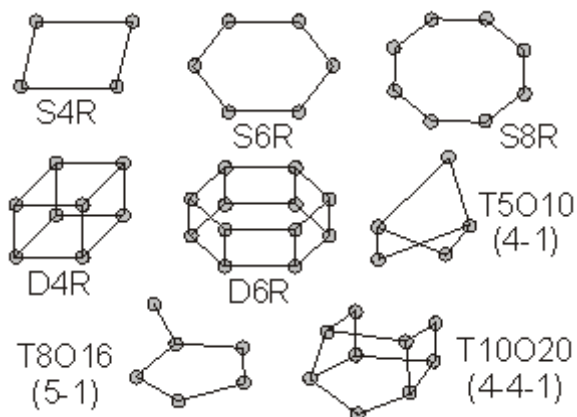
Berdasarkan asalnya, zeolit dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam dan pembentukannya dipengaruhi oleh komposisi dari batuan induk, suhu, tekanan, pH, dan aktivitas ion tertentu. Zeolit hasil sintesis yang dibuat tidak sama persis dengan mineral zeolit alam. Walaupun zeolit sintesis memiliki sifat fisik yang jauh lebih baik. Zeolit sintesis diberi nama tersendiri seperti diambil dari nama penemunya, misalkan zeolit Linde tipe F, zeolit Linde tipe A, dan sebagainya. Proses pembentukan zeolit dapat menggunakan metode hidrotermal dengan bahan utamanya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam sebagai kation. Sifat fisik dari reaktan, jenis kation, komposisi gel, serta kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur zeolit yang dihasilkan. (Breck, 1987).

Seperti halnya mineral kuarsa dan feldspar, maka mineral zeolit mempunyai struktur kristal 3 dimensi tetrahedral silikat yang biasa disebut tektosilikat. Pada struktur ini sebagian silikon (tidak bermuatan atau netral) terkadang diganti oleh aluminium bermuatan listrik, sehingga muatan listrik kristal zeolit tersebut bertambah. Kelebihan muatan ini biasanya diimbangi oleh kation-kation logam K, Na, dan Ca yang menduduki tempat tersebar dalam struktur zeolit alam yang bersangkutan. Pada susunan kristal zeolit terdapat dua jenis molekul air, yaitu molekul air yang terikat kuat dan molekul air yang bebas. Berbeda dengan struktur kisi kristal kuarsa yang kuat dan pejal, maka struktur kisi kristal zeolit terbuka dan mudah terlepas (Smart dan Moore, 1993).



Gambar 2.1 Tetrahedral alumina dan silika (TO_4) pada unit bangun primer zeolit

Struktur kerangka zeolit dibentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^-$ dan $[\text{AlO}_4]^-$ yang saling terhubung oleh atom oksigen. Struktur tiga dimensi dari zeolit merupakan unit tetrahedral dari TO_4 , T bisa berupa aluminium atau silikon, yang berikatan dengan atom oksigen (Perego *et al.*, 1997). Zeolit tidak dapat diidentifikasi hanya berdasarkan analisa komposisi kimianya saja, melainkan harus dianalisa strukturnya. Struktur kristal zeolit dimana semua atom Si dan Al dalam bentuk tetrahedral (TO_4) disebut Unit Bangun Primer, zeolit hanya dapat diidentifikasi berdasarkan Unit Bangun Sekunder (UBS) sebagaimana terdapat pada Gambar 2.1 dan 2.2.

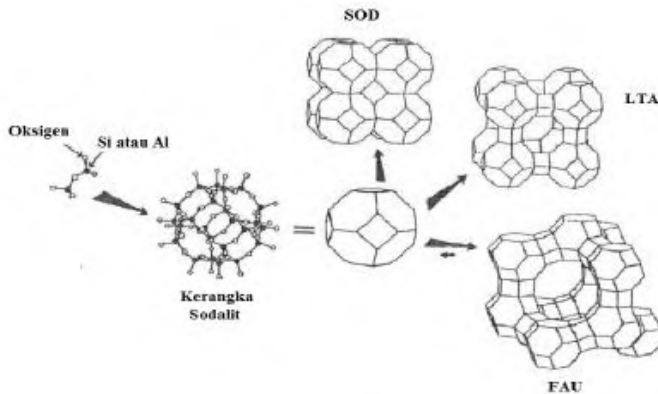


Gambar 2.2 Unit Bangun Sekunder Struktur Zeolit

Proses sintesis zeolit buatan bisa melewati dua rute: *solution – mediated transport* dan *solid phase transport*. Pada proses *solution – mediated transport*, prekursor dan pelarut dicampurkan dengan bahan katalis lain sehingga membentuk koloid. Partikel ini akan mengalami reaksi dengan pelarut sebagai medianya, membentuk koloid dengan partikel amorf. Koloid kemudian dipanaskan sehingga pelarut menguap, dan didapatkan partikel amorf. Proses pemanasan berikutnya, atau kalsinasi, dilakukan untuk memperbaiki morfologi kristal dan membentuk fasa kristalin. Pada proses *solid phase transport*, prekursor dan pelarut dicampurkan dengan *gelling agent*, membentuk fasa gel. Pemanasan dilakukan agar gel terkristalisasi, membentuk fasa solid amorf dalam larutan.

Sintesis dari zeolit sudah banyak diteliti hingga sekarang. Dilaporkan pada tahun 1862, St Claire Deville mensintesis zeolit dengan metode hidrotermal pertama Levynite (LEV). Selain itu sintesis *analcime* (ANA) juga dilaporkan pada tahun 1882 oleh Schulten. Pada tahun 1940 terakhir, Milton dan rekannya dapat mensintesis zeolit A (LTA), X (FAU), dan P (GIS) dengan cara kristalisasi hidrotermal dari gel aluminosilikat logam alkali reaktif

pada suhu 1000 °C dan tekanan (autogenus) di bawah kondisi alkali tanah (pH biasanya diatas 12). Pada 1953, mereka mensintesis 20 zeolit, dimana 14-nya merupakan hasil sintesis. Pada tahun 1948, telah disintesis zeolit pertama dengan bahan sintesis yang dilaporkan sukses beberapa tahun berikutnya. Penelitian pertama kali dilakukan pada konversi fasa mineral dalam larutan garam kuat pada suhu tinggi (sekitar 170-2700 °C). (Barrer, 1982).



Gambar 2.3 Skema Pengembangan Kerangka Zeolit
(Auerbach, 2003)

Struktur zeolit dibentuk oleh beberapa Unit Bangun Primer (UBP) yang akan menyatu membentuk kerangka Unit Bangun Sekunder (UBS). Unit bangun primer pada zeolit ialah tetrahedral $[\text{SiO}_4]^-$ dan $[\text{AlO}_4]^-$. Ikatan antara unit bangun primer sangat fleksibel, sehingga dapat menghasilkan beberapa unit bangun sekunder dalam bentuk yang bervariasi (Hirscher, 2009). Beberapa UBS tersebut akan bergabung dengan berbagai cara sehingga membentuk struktur kristal baru. Zeolit memiliki rongga atau pori-pori dengan ukuran yang bervariasi tergantung pada struktur kristal yang dibentuk oleh unit bangun sekunder (Baerlocher *et al.*, 2001 dan Hirscher, 2009). Unit bangun

sekunder tersebut akan bergabung secara teratur membentuk unit bangun polihedral. Skema pembentukan dari unit bangun diatas dapat dilihat pada Gambar 2.3.

2.2 Zeolit Y

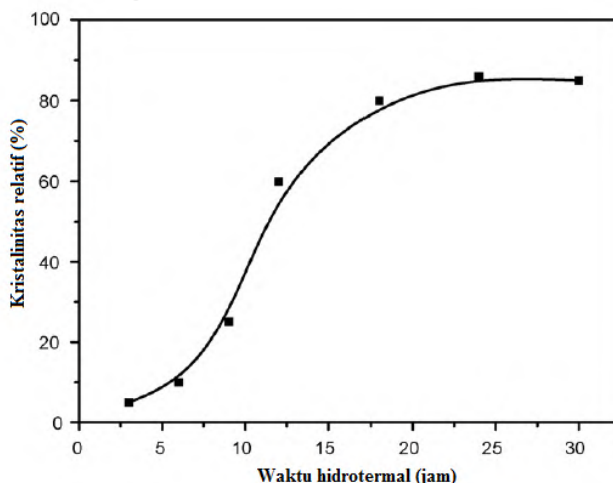
2.2.1 Sintesis Zeolit Y

Zeolit Y merupakan mineral yang terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk oktahedral terpancung (sodalit). Zeolit Y memiliki rasio Si/Al antara 1,5-3. Zeolit Y ini merupakan kristal aluminosilikat sintesis yang terdiri atas kesatuan mata rantai sangkar sodalit (*sodalite cages*) yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen. Ketika dilakukan penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggotakan dua belas yang disebut jendela (*window*) dan membentuk pori besar (*cavity/supercage*) yang merupakan sangkar *alpha* (Kasmui *et al.*, 2008).

Zeolit terdiri dari zeolit alam dan zeolit sintesis. Salah satu zeolit sintesis yang banyak dikembangkan adalah zeolit Y.. Zeolit Y telah berhasil disintesis oleh Sang *et al.* (2005) dengan komposisi molar $10\text{Na}_2\text{O} : 1,0\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan komposisi rasio sintesis zeolit Y, terdapat perbedaan rasio molar SiO_2 dan Al_2O_3 . Perbedaan rasio molar tersebut berpengaruh terhadap kristalinitas sintesis zeolit Y yang dihasilkan. Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ akan berpengaruh pada ukuran kristal zeolit, kristalinitas zeolit, luas permukaan zeolit dan keasaman dari zeolit. Rasio molar untuk zeolit Y adalah rentang rasio 1-3 (Sutarti *et al.*, 1994). Menurut hasil penelitian Rahman, *et al.* (2009) sintesis zeolit Y murni dihasilkan pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,43, sehingga pada penelitian ini akan dilakukan variasi rasio molar 2 : 2,5 : 3 untuk mendapatkan zeolit Y murni.

2.2.2 Pengaruh Waktu Hidrotermal

Secara umum, waktu hidrotermal berhubungan dengan pembentukan zeolit Y dan kristalinitasnya. Peningkatan waktu hidrotermal akan membuat kristalinitas produk meningkat, yang berhubungan dengan peningkatan nukleasi kristal dan laju pertumbuhannya. Selain itu, peningkatan waktu hidrotermal juga menyebabkan perubahan secara perlahan ukuran kristal pada rentang skala nanometer. Ukuran partikel rata-rata akan meningkat dengan bertambahnya waktu hidrotermal (Karimi *et al.*, 2012). Waktu hidrotermal selain berpengaruh pada kristalinitas zeolit Y juga berpengaruh pada perubahan fasa produk. Gambar 2.4 menunjukkan grafik hubungan antara waktu hidrotermal dengan kristalinitas. Pada umumnya semakin lama waktu hidrotermal dalam sintesis zeolit kristalinitasnya akan semakin meningkat dan relatif konstan setelah mencapai titik maksimum (Wang *et al.*, 2007a).



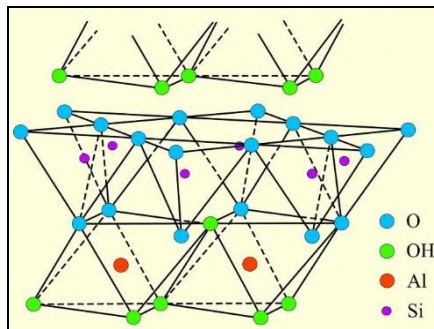
Gambar 2.4 Pengaruh Waktu Hidrotermal Terhadap Kristalinitas Zeolit (Wang *et al.*, 2007a)

Variasi waktu hidrotermal dapat berdampak pada berbagai faktor seperti reaksi polimerisasi antar anion polisilikat dengan

aluminat yang terkandung dalam fasa larutan dalam gel, nukleasi dan pertumbuhan kristal, transisi dari fasa metastabil menghasilkan pembentukan zeolit dengan struktur pori yang berbeda. Waktu berpengaruh terhadap kristalinitas. Se jauh waktu yang diperhatikan, sintesis zeolit diatur oleh terjadinya transformasi fasa. Fasa dengan kesetimbangan termodinamika yang kurang akan mengkristal pertama kali dan akan menjadi fasa yang stabil seiring bertambahnya waktu (Xu *et al.*, 2007).

2.3 Kaolin

Kaolin adalah bahan tambang alam yang merupakan salah satu jenis tanah lempung (*clay*) dimana tersusun dari mineral utama yang memiliki partikel mikroskopik dan submikroskopik berupa lempengan-lempengan tipis. Tanah lempung jenis ini berwarna putih keabu-abuan. Di alam, kaolinit berasal dari dekomposisi feldspar. Sebagai bahan tambang kaolin bercampur dengan oksida-oksida lainnya seperti kalsium oksida, magnesium oksida, kalium oksida, natrium oksida, besi oksida, dan lain-lain (Othmer, 1993).



Gambar 2.5 Struktur atom dari kaolin (Das, 1998)

Sifat fisik dan kimia dari kaolin menentukan penggunaannya sebagai mineral industri yang dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti, kondisi geologi dimana kaolin yang terbentuk dan total

komposisi mineralogi deposit kaolin. Kaolin memiliki ukuran sekitar 0,2 sampai 15 μm dengan area spesifik 10,000-29,000 m^2/kg . Kaolin kasar biasanya digunakan sebagai bahan pengisi (*filler*), sedangkan kaolin halus sebagai pelapis (*coater*), barang-barang tahan api dan isolator. Kegunaan kaolin sangat tergantung pada karakteristiknya karena akan berpengaruh terhadap kualitasnya. Bentuk dan distribusi kaolin penting dalam mengendalikan banyak sifat lainnya seperti diameter ekuivalen, dan sebagainya (Rashad, 2013).

Kaolin umumnya mengandung 10-95% dari kaolinit mineral, kuarsa, mika, feldspar, illite, montmorilonit, ilmenit, anastase, hematit, bauksit, zirkon, rutil, kyanite, silliminate, grafit, atapulgit, dan haloisit. Menurut struktur, kaolin dibentuk oleh struktur tetrahedral SiO_4 dan $\text{Al}(\text{O},\text{OH})_6$ [Si_2O_5] $^{2-}$ dan [AlOH_4] $^{2+}$) komposisi oktahedral dengan pseudo heksagonal simetri [$\text{O}_6\text{Si}_4\text{O}_4(\text{OH})_2\text{Al}_4(\text{OH})_6$]. Proses pembentukan kaolin disebut kaolinisasi.

Komposisi kimia kaolin secara teoritis adalah SiO_2 46,54%; Al_2O_3 39,50% dan H_2O 13,96% (Prasad *et al.*, 1991; Murray, 2000). Potensi dan cadangan kaolin di Indonesia banyak terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, dan Pulau Bangka dan Belitung, serta potensi lainnya tersebar di Pulau Sumatera, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara (Manado). Provinsi Kepulauan Bangka Belitung merupakan daerah yang potensial di bidang pertambangan, karena terdapat banyak tanah yang mengandung mineral bijih timah dan bahan galian yang tersebar merata, seperti kaolin, batu gunung, tanah liat, dan pasir kuarsa. Endapan kaolin Bangka ini dapat dijumpai di beberapa tempat diantaranya daerah Badau, Dendang, Manggar, dan Membalong. Kaolin Bangka merupakan kaolin yang ditambang di Pulau Bangka Belitung berwarna putih, berbutir halus, lunak, dan lengket apabila basah, sebagian lagi berbentuk pasir. Kaolin di daerah ini memiliki kandungan besi dan titanium yang rendah sehingga memiliki tingkat kecerahan yang relatif tinggi. Endapan kaolin terjadi dari hasil pelapukan dan dekomposisi batuan feldspatik, dimana

mineral-mineral kalium alumino silikat dan feldspar diubah menjadi kaolin. Dekomposisi atau proses kaolinisasi dari feldspar terjadi karena adanya air dan udara. Reaksi ini akan berlangsung sangat lama yang pada akhirnya terbentuk kaolinit. Kaolin pada umumnya digunakan penduduk lokal sebagai bahan baku keramik dan diekspor ke Jepang, Filipina, dan Taiwan yang digunakan sebagai pengisi (*filler*) dalam industri kertas. Karena kandungan halosit dan smektit, menyebabkan viskositas kaolin menjadi tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai pelapis kertas tanah liat (Murray, 2007).

2.4 Karakterisasi

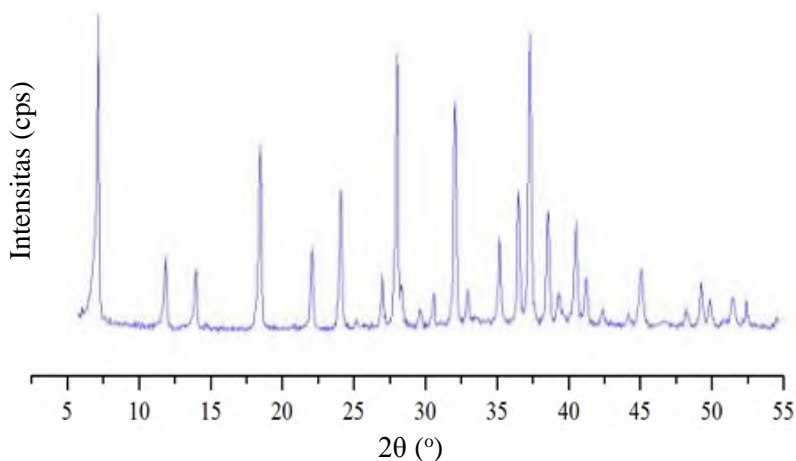
2.4.1 Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction/XRD)

Difraksi sinar-X merupakan metode karakterisasi material padatan untuk mengidentifikasi jenis kristal yang didasarkan pada studi difraksinya (Ewing dan Galen, 1985). Prinsip analisis difraksi sinar-X adalah pantulan sinar-X oleh kisi material. Pola atau bentuk data difraksi sinar-X bergantung pada struktur kristal material yang digambarkan dengan tipe kisi, kelas kristal, parameter unit sel dan tipe distribusi variasi ion dan molekul dalam unit sel (Weller, 1996).

Setiap kristal akan menghasilkan pola garis difraksi yang khas dalam campuran senyawa. Sudut refleksi (2θ) dari hasil difraksi menggambarkan fasa kristal yang tergantung pada parameter sel, kelas kristal, jenis kisi dan panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Selain itu, intensitas relatif yang dihasilkan tergantung dari kelimpahan fase dan kemampuan strukturnya dalam memantulkan sinar-X. Bentuk puncak merepresentasikan ukuran ketebalan kristal, dimana semakin lebar bentuk puncak, kristal lebih amorf daripada bentuk puncak yang tajam.

Gambar 2.6 menunjukkan contoh difraktogram zeolit Y yang disintesis oleh Wijayanti (2015). Puncak khas zeolit Y pada difraktogram tersebut muncul pada $2\theta = 6,16; 6,24; 7,16;$

10,04; 14,64; 20,28; 26,2; 31,84; 41,12; 45,08°. Puncak tertinggi dari kristal zeolit Y tersebut muncul pada $2\theta = \sim 6^\circ$.



Gambar 2.6 Difraktogram sinar-X zeolit Y (Wijayanti, 2015)

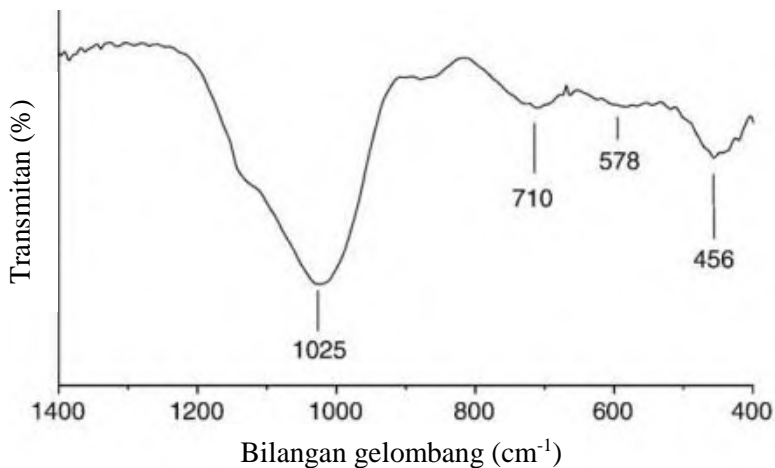
Perubahan posisi puncak pada difraktogram XRD dipengaruhi oleh perubahan panjang ikatan dalam kerangka material. Misalnya, dalam zeolit terdapat penggantian ikatan Al-O (1.69 Å) dengan ikatan Si-O (1.61 Å) yang lebih pendek yang menyebabkan unit-unit selnya mengkerut. Hal tersebut akan memperpendek jarak d dan menyebabkan pergeseran puncak difraksi ke arah sudut refleksi yang lebih tinggi (Hamdan, 1992).

2.4.2 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi inframerah merupakan teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi suatu sampel berdasarkan vibrasi gugus fungsi yang digambarkan dalam bentuk spektrum (Nur dan Adijuwana, 1989). Metode analisis ini didasarkan pada fenomena vibrasi internal atom gugus fungsi yang menghasilkan frekuensi khusus. Prinsipnya, ketika suatu material berinteraksi dengan sinar inframerah, ikatan dalam molekul akan mengalami vibrasi ulur (*stretching*) atau bending (*tekuk*). Hasilnya, sinar

inframerah akan diabsorb oleh gugus fungsi pada rentang panjang gelombang yang spesifik. Keunggulan spektroskopi FTIR yaitu radiasi sumber sinar lebih tinggi, perbedaan sinyal dan noise ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi (Sibilia, 1996). Selain itu, spektrometer FTIR juga memiliki sensitivitas yang baik, kalibrasi panjang gelombang lebih akurat dan desain mekanik yang sederhana (Skoog et al., 1998).

Hasil analisis spektroskopi inframerah digambarkan dalam bentuk spektrum yang menampilkan plot absorbansi atau transmitan energi dari sinar yang dipancarkan versus frekuensi. Analisis spektroskopi inframerah standar dilakukan pada rentang frekuensi $7000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$, tetapi dapat pula mencapai 50 cm^{-1} , dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik, dan detektor. (Sibilia, 1996).



Gambar 2.7 Spektra inframerah zeolit Y (Sang, 2006)

Gambar 2.6 menunjukkan contoh spektra inframerah dan puncak serapan zeolit Y yang disintesis oleh Sang (2006) pada suhu 313 K selama 24 jam. Pada spektra tersebut, terdapat puncak

serapan pada 1025 dan 710 cm^{-1} yang masing-masing merupakan serapan dari vibrasi ulur asimetris Al-O-Si dan vibrasi ulur simetris kerangka Al-O-Si. Puncak serapan pada 578 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal cincin ganda yang berhubungan dengan struktur FAU. Pita serapan pada 456 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk simetris kerangka Al-O-Si.

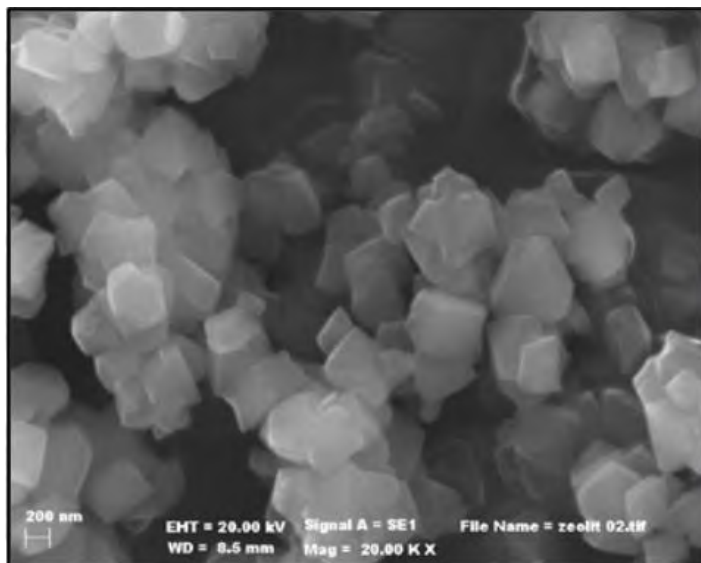
2.4.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah instrumen mikroskop untuk mengamati kenampakan suatu material dengan resolusi tinggi yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya. Analisis SEM berguna untuk mempelajari topografi material yang meliputi tekstur atau sifat permukaan, morfologi, bentuk, ukuran dan susunan partikel penyusun material yang berada pada permukaan sampel (Gedde, 1995). Prinsip kerja dari SEM adalah elektron ditembakkan dari katoda filamen ke arah sampel. Saat terjadi interaksi antara elektron dengan sampel, elektron kehilangan sejumlah energi sehingga terjadi pemantulan dan emisi elektron. Hasil pemantulan dan emisi elektron akan terdeteksi oleh detektor yang dapat divisualisasikan menjadi gambar morfologi dari suatu kristal. Tipe-tipe sinyal yang dapat dihasilkan oleh SEM dapat berupa *Secondary Electron* (SE), *Back-Scattered Electron* (BSE), dan sinar X. SEM dapat merekam permukaan suatu material dengan perbesaran sekitar 10-200.000x dengan ketajaman fokus yang tinggi sehingga permukaan yang kasar dapat digambarkan (Smith dan Oatley, 1995).

SEM dapat dilengkapi dengan *energy dispersive X-Ray* (EDX), yaitu instrumen yang berguna untuk mendapatkan informasi tentang komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan (West, 1984). Analisis EDX didasarkan pada interaksi material dengan radiasi elektromagnetik yang dihasilkan ketika ditembak oleh berkas elektron. Sampel yang ditembak dengan berkas elektron akan memancarkan radiasi sinar-X yang nilai energinya dapat diukur oleh EDX. Energi sinar-X ini sesuai

dengan perbedaan energi antar kedua kulit suatu unsur. Sehingga, komposisi unsur dari suatu sampel dapat diketahui (Behera, 2009).

Contoh mikrograf SEM zeolit Y ditunjukkan oleh Gambar 2.8 yang merupakan hasil penelitian yang dilakukan oleh Anggraini (2013). Zeolit-Y hasil sintesis pada mikrograf tersebut memiliki bentuk kristal teratur oktahedral dengan ukuran partikel kurang dari 5 μm .



Gambar 2.8 Mikrograf SEM zeolit Y (Anggarini, 2013)

“Halaman sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain alat-alat gelas, botol polipropilen (pp), kertas pH, kertas saring, botol semprot, *magnetic stirrer*, oven, *X-Ray Diffraction Philips Expert*, FTIR Shimadzu *Instrument Spectrum One* 8400S, SEM (ZEISS EVO MA 10) dan EDX (BRUKER 129 EV).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kaolin Bangka Belitung, air demineralisasi (akuademin), natrium hidroksida (Merck), ludox (SiO_2 30%, H_2O 70%; Sigma-Aldrich) serta natrium aluminat anhidrat (NaAlO_2 ; Sigma-Aldrich) (Na_2O 40-45%, Al_2O_3 50-56%; Sigma-Aldrich).

3.2 Prosedur Sintesis

Prosedur sintesis zeolit Y dalam penelitian ini terdiri dari tiga tahap yaitu pembuatan *seed gel*, pembuatan *feedstock gel*, dan pembuatan *overall gel* yang diikuti dengan proses hidrotermal. Komposisi rasio molar zeolit Y yang dibuat yaitu:

seed gel = 10,67 Na_2O : 5 SiO_2 : Al_2O_3 : 180 H_2O

feedstock gel = 4,3 Na_2O : 5 SiO_2 : Al_2O_3 : 180 H_2O

overall gel = 4,62 Na_2O : 5 SiO_2 : Al_2O_3 : 180 H_2O

a. Pembuatan *Seed Gel*

Pembuatan *seed gel* mengacu pada metode yang dilaporkan oleh *International Zeolite Association* (IZA), dimana sumber Al dan Si adalah bahan komersial yaitu natrium aluminat dan ludox. *Seed gel* dibuat dengan melarutkan NaOH pelet sebanyak 7,48 gram dengan 25,4 gram akuademin dalam botol polipropilen menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian, 1,92 gram NaAlO_2 ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan diaduk hingga

homogen, dilanjutkan dengan penambahan ludox sebanyak 10,02 gram dan diaduk hingga tercampur sempurna (kurang lebih 10 menit). Campuran yang telah dibuat diperam selama 24 jam pada suhu ruang.

b. Pembuatan *Feedstock Gel*

Metode pembuatan *feedstock gel* mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Mohamed *et al.* (2015). *Raw material* yang digunakan sebagai sumber Si dan Al adalah kaolin Bangka Belitung. Pembuatan *feedstock gel* dilakukan dengan melarutkan 5,48 gram NaOH pelet dengan akuademin sebanyak 48,3 gram dalam botol polipropilen menggunakan *magnetic stirrer*. Selanjutnya, 7,38 gram kaolin ditambahkan pada larutan NaOH dan diaduk hingga tercampur sempurna. Ludox sebanyak 4,66 gram ditambahkan pada campuran dan diaduk hingga homogen. *Feedstock gel* yang telah terbentuk dibiarkan hingga penambahan *seed gel*.

c. Pembuatan *Overall Gel* dan Proses Hidrotermal

Seed gel yang telah dibuat diambil sebanyak 3,96 gram dan ditambahkan pada *feedstock gel* secara perlahan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 20 menit. *Overall gel* yang telah terbentuk diperam selama 24 jam pada suhu ruang. Selanjutnya, dilakukan kristalisasi pada *overall gel* melalui proses hidrotermal pada suhu 105°C dengan variasi waktu 4, 6, 12, 18, 24 jam. Setelah proses hidrotermal selesai, botol polipropilen didinginkan dan hasil sintesis disaring untuk memisahkan padatan dan filtratnya. Padatan yang diperoleh dicuci dengan akuademin hingga pH 7 dan dikeringkan pada suhu 105°C. Selanjutnya, padatan yang telah kering ditimbang dan dikarakterisasi dengan XRD (Difraktometer Sinar-X), FTIR (spektroskopi inframerah), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray*).

3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis

3.3.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Padatan hasil sintesis yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X dengan $\text{CuK}\alpha$ pada panjang gelombang $1,5406 \text{ \AA}$, tegangan 40 kV, kuat arus 30 mA dan rentang sudut $2\theta = 5\text{-}50^\circ$. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X digunakan untuk menentukan fase-fase yang terdapat pada padatan. Sebanyak ± 1 gram padatan hasil sintesis dihaluskan kemudian dimasukkan ke dalam *sample holder* hingga padat dan permukaannya rata. Kemudian padatan diukur difraksinya dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 m.

3.3.2 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektroskopi inframerah untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam metrial. Karakterisasi padatan dilakukan dengan teknik pelet KBr menggunakan instrumen FTIR Shimadzu Spectrum One 8400S. Sebanyak 0,1 gram sampel padatan hasil sintesis dicampur dengan padatan KBr, kemudian digerus. Campuran padatan selanjutnya ditekan hingga membentuk pelet kemudian diletakkan pada tempat sampel. Pelet yang telah terbentuk kemudian diukur serapan vibrasinya pada bilangan gelombang $4000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$.

3.3.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi hasil sintesis, sedangkan EDX untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang terkandung. Instrumen yang digunakan adalah SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV. Preparasi sampel dilakukan dengan *coating* menggunakan Pd. Sampel yang dianalisis terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan *coating* dengan Pd selama 15 menit pada tekanan $6 \times 10^{-2} \text{ mBar}$.

“Halaman sengaja dikosongkan”

BAB IV

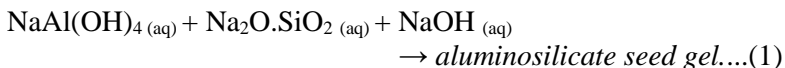
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis zeolit Y dari Kaolin Bangka Belitung dengan metode hidrotermal tanpa melalui proses metakaolinisasi. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu kristalisasi selama 4, 6, 12, 18 dan 24 jam untuk mempelajari pengaruh waktu hidrotermal terhadap produk yang dihasilkan. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa, kristalinitas dan ukuran partikel kristal. Gugus fungsi yang terdapat pada kristal dianalisis dengan spektroskopi inframerah (FTIR). Morfologi dan kandungan unsur-unsurnya dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

4.1 Sintesis Zeolit Y

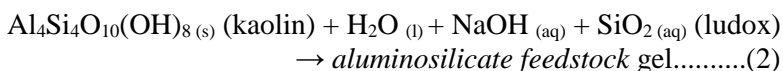
Sintesis zeolit Y dalam penelitian ini diawali dengan pembuatan *seed gel* yang menggunakan natrium aluminat sebagai sumber Al dan ludox sebagai sumber Si. Pada proses ini digunakan bahan komersial (natrium aluminat dan ludox) karena lebih murni dan mudah bereaksi sehingga pembentukan inti kristal akan lebih sempurna. Sumber alkali Na^+ berasal dari natrium hidroksida dan natrium aluminat serta akuademineralisasi sebagai sumber H_2O . Pembuatan *seed gel* diawali dengan dengan melarutkan NaOH pelet ke dalam akuademin pada botol polipropilen menggunakan *magnetic stirer* pada suhu ruang. Pada tahap ini, NaOH berfungsi sebagai induktor yang berperan untuk membentuk garam silikat dan aluminat. Selanjutnya, natrium aluminat ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan diaduk hingga homogen. Setelah itu, ludox ditambahkan pada campuran dan diaduk hingga tercampur sempurna. Campuran yang telah dibuat diperam selama 24 jam pada suhu ruang. Saat pencampuran natrium aluminat dan ludox, terjadi polimerisasi spesi silikat dan aluminat membentuk gel aluminosilikat berwarna putih. Tahap ini

disebut dengan gelasi (pembentukan gel). Reaksi yang terjadi pada pembentukan *seed gel* seperti persamaan (1) sebagai berikut:



Kemudian, campuran yang telah terbentuk diperam selama 24 jam pada suhu ruang. Tahap pemeraman (*aging*) ini bertujuan untuk homogenasi dan pembentukan inti kristal. Pada tahap *aging* terjadi penataan ulang ikatan dan struktur kimia yang dapat memengaruhi fase padatan yang terbentuk (Weitkamp dan Puppe, 1999).

Pada pembuatan *feedstock gel*, sumber alkali Na^+ berasal dari natrium hidroksida dan natrium aluminat serta H_2O berasal dari akuademineralisasi. Tetapi, sumber Al dan Si adalah kaolin Bangka Belitung serta kekurangan mol Si dipenuhi dengan penambahan ludox. Proses yang terjadi pada pembuatan *feedstock gel* hanyalah pembentukan gel (gelasi). Pembuatan *feedstock gel* dilakukan dengan memasukkan NaOH pelet ke dalam akuademin pada botol polipropilen dan diaduk pada suhu ruang. NaOH pada tahap ini berfungsi sebagai agen mineralisasi yang dapat meningkatkan kelarutan silika dan alumina sehingga kristalisasi akan menjadi lebih cepat (Cejka *et al.*, 2010; Chareonpanich *et al.*, 2004). Selanjutnya, kaolin ditambahkan pada larutan NaOH dan diaduk hingga tercampur sempurna. Ludox ditambahkan pada campuran untuk memenuhi kekurangan mol Si. Di sinilah terjadi interaksi antara garam silikat dan aluminat membentuk gel aluminosilikat. *Feedstock gel* yang telah terbentuk dibiarkan hingga penambahan *seed gel*. Reaksi yang terjadi pada pembuatan seperti persamaan (2) *feedstock gel* adalah:

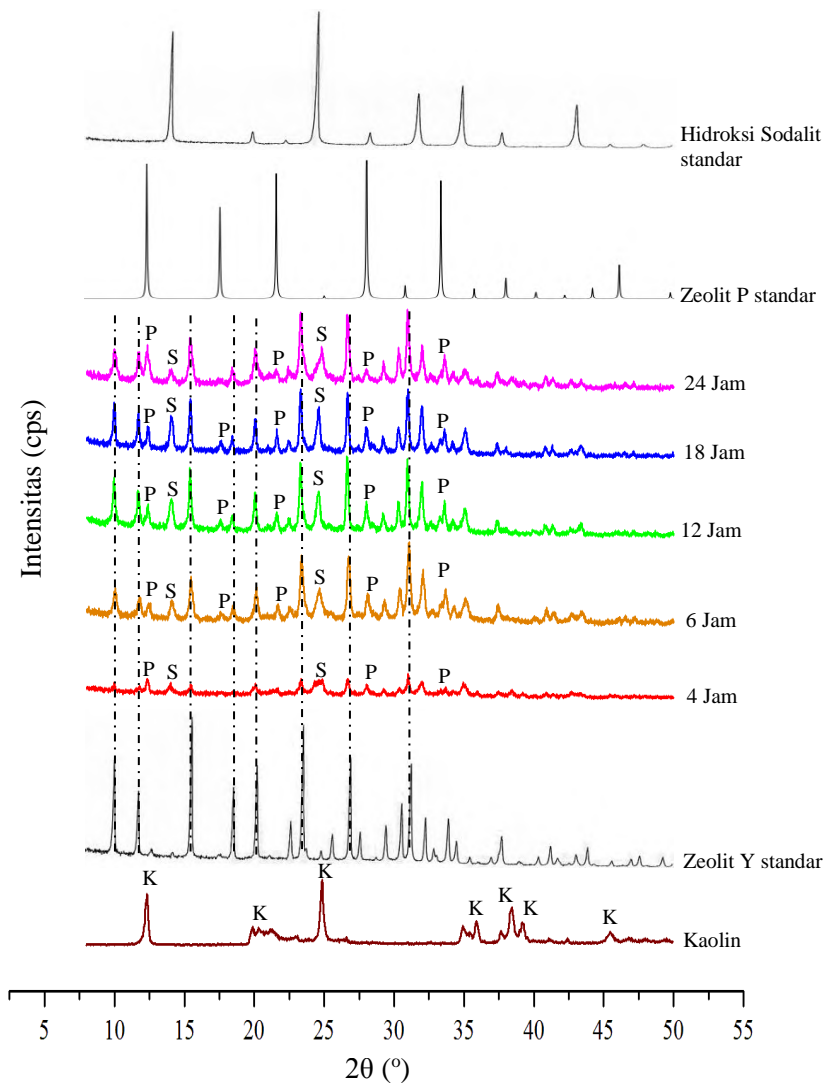


Tahap berikutnya adalah pembuatan *overall gel* yang diikuti dengan proses hidrotermal. *Overall gel* dibuat dengan mencampurkan sebagian *seed gel* dengan *feedstock gel* dan diaduk agar homogen. *Overall gel* yang telah terbentuk diperam selama satu hari pada suhu ruang. Tahap ini bertujuan untuk memperpanjang inti kristal. Kemudian, dilakukan kristalisasi *overall gel* melalui proses hidrotermal pada suhu 105°C dengan variasi waktu 4, 6, 12, 18, 24 jam. Pada tahap ini terjadi terjadi penyempurnaan kristal yang dibentuk oleh spesi silikat dan aluminat. Struktur molekular gel aluminosilikat primer diubah menjadi aluminosilikat sekunder. Setelah proses hidrotermal, hasil sintesis didinginkan dan disaring untuk memisahkan padatan dan filtratnya. Padatan yang didapatkan dicuci dengan akuademinalisasi hingga pH 7 untuk menghilangkan sisa NaOH. Setelah itu, padatan dikeringkan pada suhu 105°C untuk mengeliminasi pelarut air yang bersisa. Padatan yang telah kering dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX).

4.2 Karakterisasi Zeolit Y

4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) dilakukan pada $2\theta = 8-50^\circ$ untuk mengetahui fase yang terdapat di dalam padatan. Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X sampel zeolit Y hasil sintesis dengan variasi waktu kristalisasi 4-24 jam. Tabel 4.1 menunjukkan sudut refleksi fase (2θ) hasil sintesis. Berdasarkan analisis XRD terhadap *raw material* kaolin pada Gambar 4.1 terdapat fase dominan yaitu kaolinit (disimbolkan dengan huruf K) yang teridentifikasi pada $2\theta = 12,33; 19,86; 20,34; 24,85; 34,95; 35,92; 38,42; 39,21; 45,48^\circ$. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kahraman (2005), dimana puncak khas kaolin terdapat pada $2\theta = 12,52, 25,48$ dan $38,3^\circ$.



Gambar 4. 1 Pola difraktogram sinar-X kaolin, zeolit Y standar, sampel dengan variasi waktu 4,6, 12, 18 dan 24 jam

Tabel 4.1 Sudut refleksi fasa (2θ) hasil sintesis

Sampel	2θ ($^{\circ}$)		
	Zeolit Y	Zeolit P	Hidroksi sodalit
4 Jam	9,95; 15,45; 20,04; 23,35; 26,69; 31,00	12,36; 17,33; 21,71; 28,03; 34,98; 46,65	14,01; 24,87
6 Jam	9,99; 15,38, 18,41; 20,06; 24,83; 27,43; 30,95	12,32; 17,39; 21,58; 28,04; 33,61; 46,55	14,08; 24,83
12 Jam	10,02; 15,45; 18,43; 20,11; 24,69; 26,77; 31,09	12,38; 17,65; 21,68; 28,15; 33,69; 46,50	14,07; 24,66
18 Jam	9,94; 15,41; 18,40; 20,03; 23,28; 26,62; 30,92	12,39; 17,63; 21,60; 28,03; 33,64; 46,06	14,07; 24,64
24 Jam	9,99; 15,45; 18,43; 20,04; 23,33; 26,68; 31,00	12,45; 17,58; 21,61; 28,01; 33,60; 46,47	14,05; 24,63

Pola difraktogram sampel zeolit Y variasi 4, 6, 12, 18 dan 24 jam pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa puncak karakteristik kaolinit telah hilang. Hal ini mengindikasikan bahwa seluruh massa kaolin telah bereaksi. Difraktogram kelima sampel hasil sintesis memiliki puncak khas zeolit Y pada $2\theta = \sim 9,95; 15,45; 20,04; 23,35; 26,69; 31,00^{\circ}$. Hasil tersebut serupa dengan penelitian Matti dan Surchi (2014), dimana puncak khas zeolit Y teridentifikasi pada $2\theta = 23,6; 26,9; 31,3^{\circ}$. Pembentukan zeolit Y dalam penelitian ini terjadi mulai waktu krsitalisasi 4 jam, lebih cepat dari penelitian Kovo *et al.* (2009). Pada penelitian tersebut waktu hidrotermal yang diperlukan untuk membentuk zeolit Y dari kaolin lebih lama yaitu 6 jam. Pola XRD sampel zeolit Y 4-12 jam menunjukkan intensitas puncak khas zeolit Y yang semakin meningkat seiring bertambahnya waktu kristalisasi. Hal

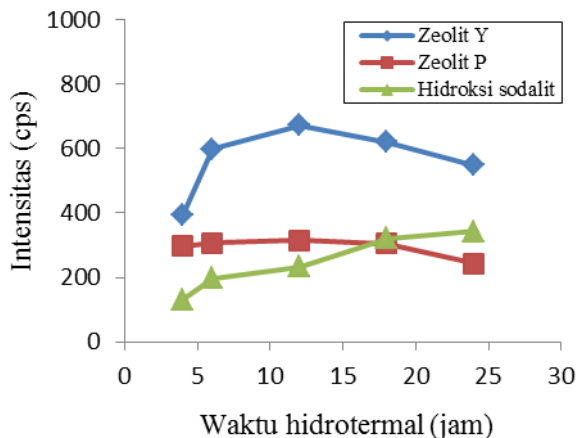
ini menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk semakin sempurna saat waktu kristalisasi 12 jam. Akan tetapi, puncak khas zeolit Y mengalami penurunan intensitas setelah 18-24 jam. Ini menandakan bahwa kristal mulai mengalami proses transformasi.

Adanya fase zeolit P (disimbolkan dengan huruf P) teridentifikasi pada $2\theta = \sim 12,36; 17,33; 21,71; 28,03; 34,98; 46,65^\circ$. Hasil ini sesuai dengan penelitian Hilderbando *et al.* (2014). Pembentukan zeolit P pada penelitian tersebut yang disintesis dari kaolin terobservasi pada sudut refleksi $12,4; 17,7; 21,8; 28,2$ dan $33,5^\circ$ namun dengan waktu kristalisasi lebih lama yaitu 20 jam. Intensitas puncak khas zeolit P pada waktu hidrotermal 4-12 jam relatif konstan, setelah itu mengalami penurunan pada 18-24 jam. Hal ini mengindikasikan bahwa zeolit P mengalami transformasi fase. Pola tersebut ditunjukkan oleh Tabel 4.2 dan Gambar 4.2.

Pola XRD fase-fase hasil sintesis pada penjelasan di atas berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Mohamed *et al.* (2015). Pada penelitian tersebut intensitas puncak zeolit Y tertinggi terdapat pada waktu kristalisasi 24 jam, setelah itu mengalami penurunan. Puncak khas zeolit P baru muncul setelah 24 jam dan intensitasnya terus meningkat hingga 48 jam.

Tabel 4.2 Intensitas puncak tertinggi fase zeolit Y, zeolit P dan hidroksi sodalit

Sampel	Intensitas puncak fase (cps)		
	Zeolit Y ($2\theta = \sim 31,0^\circ$)	Zeolit P ($2\theta = \sim 33,5^\circ$)	Hidroksi sodalit ($2\theta = \sim 14,05$)
4 jam	394	297	131
6 jam	599	306	197
12 jam	672	315	233
18 jam	621	305	320
24 jam	548	244	343

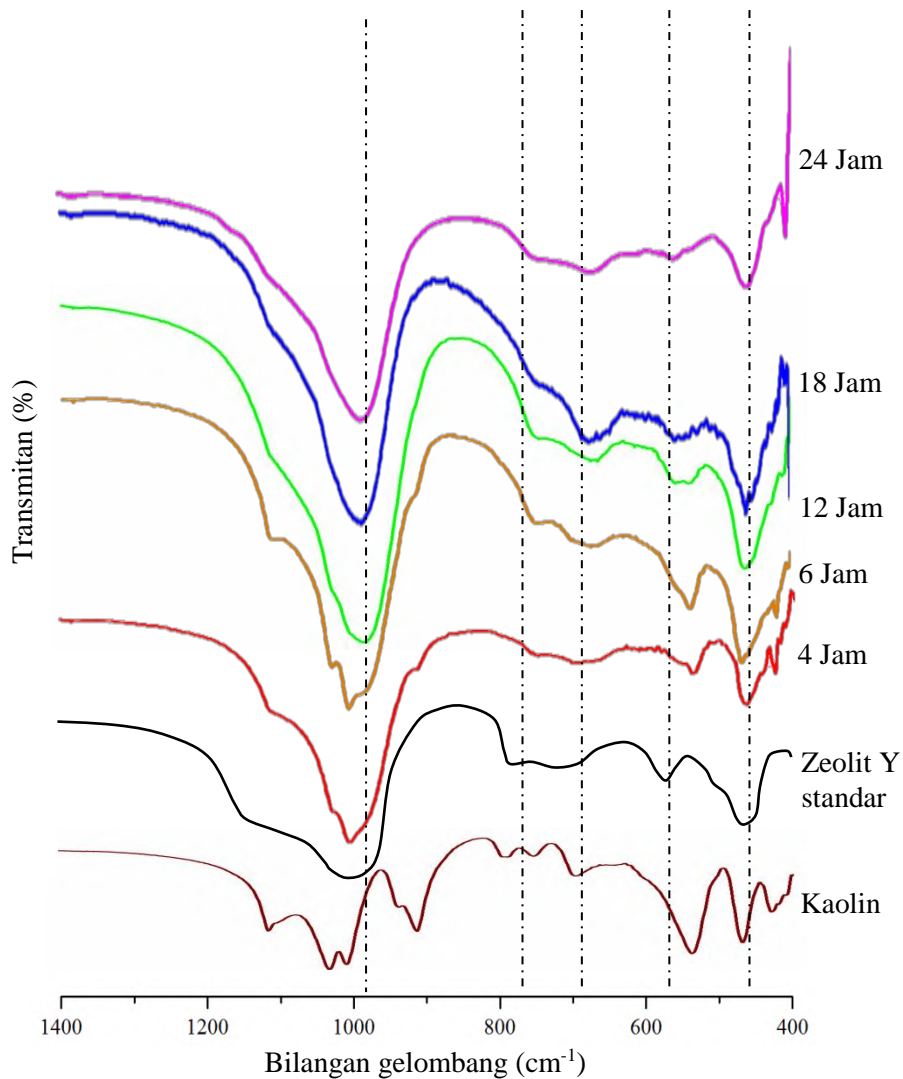


Gambar 4. 2 Grafik waktu hidrotermal terhadap intensitas fase

Kelima difraktogram sampel pada Gambar 4.1 juga menunjukkan puncak khas fase lain pada sudut refleksi sekitar 14 dan 25°. Puncak tersebut mengindikasikan adanya fase hidroksi sodalit (disimbolkan dengan huruf S). Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Musyoka *et al.* (2011) bahwa puncak karakteristik hidroksi sodalit terdapat pada $2\theta = \sim 14; 24^\circ$.

4.2.2 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Karakterisasi spektroskopi inframerah digunakan untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi pada sampel hasil sintesis. Spektra inframerah kaolin dan kelima sampel zeolit Y ditunjukkan oleh Gambar 4.3. Pada spektra kaolin teridentifikasi puncak karakteristik pada bilangan gelombang 429, 468, 540, 697, 757, 789, 917, 1031, dan 1108 cm^{-1} . Menurut chandrasekar (1996) puncak khas kaolin muncul pada bilangan gelombang 541 cm^{-1} yang merupakan vibrasi Al-O pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$, sedangkan pada 430, 693, 752, 794, 1035, 1096 dan 1114 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O pada SiO_4 .



Gambar 4.3 Spektra inframerah kaolin; zeolit Y standar; sampel zeolit Y variasi 4, 6, 12, 18 dan 24 jam

Tabel 4.3 Bilangan gelombang puncak serapan spektra inframerah sampel Zeolit Y hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal

Jenis vibrasi	Bilangan gelombang (cm^{-1})				
	4 Jam	6 Jam	12 Jam	18 Jam	24 Jam
Vibrasi tekuk T-O ($420\text{-}500\text{ cm}^{-1}$)	426, 465	467	463	459	461
Vibrasi eksternal cincin ganda D4R dan D6R ($500\text{-}650\text{ cm}^{-1}$)	540	536	552	558	558
Vibrasi simetris O-T-O ($650\text{-}750\text{ cm}^{-1}$)	681	673, 748	673, 743	673	671
Vibrasi Asimetris T-O-T ($950\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$)	1005	1005, 1028, 1107	984	986	986

Spektra inframerah sampel hasil sintesis pada gambar 4.3 menunjukkan puncak serapan spesifik zeolit Y pada daerah sekitar $426\text{-}467$, $536\text{-}558$, $671\text{-}743$ dan $984\text{-}1005\text{ cm}^{-1}$. Puncak serapan pada bilangan gelombang $426\text{-}467$ dan $536\text{-}558\text{ cm}^{-1}$ masing-masing menunjukkan vibrasi tekuk gugus T-O dan vibrasi eksternal cincin ganda (Tavasoli *et al.*, 2014). Pita serapan pada bilangan gelombang $671\text{-}743\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi internal

simetris tetrahedron TO_4 . Adanya serapan pada $984\text{--}1005\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur internal asimetris tetrahedron TO_4 (Liu *et al.*, 2003).

Pada spektra sampel zeolit Y variasi 4 dan 6 jam masih terdapat puncak yang sejajar dengan puncak khas kaolin pada bilangan gelombang sekitar $536, 1028$ dan 1107 cm^{-1} . Hal ini mengindikasikan bahwa pada sampel variasi 4 dan 6 jam masih terdapat kaolin yang belum larut. Informasi tersebut bertentangan dengan data XRD yang tidak menunjukkan adanya puncak khas kaolin. Dari data-data tersebut dapat dianalisis bahwa jumlah kaolin yang belum larut cukup sedikit sehingga tidak terdeteksi oleh XRD. Spektra sampel zeolit Y variasi 12, 18 dan 24 jam tidak menunjukkan adanya puncak yang sejajar dengan puncak kaolin. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui bahwa kaolin telah mengalami transformasi secara sempurna pada waktu kristalisasi 12-24 jam.

4.2.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk mengetahui morfologi dan ukuran agregat partikel. Adapun *Energy Dispersive X-ray* (EDX) digunakan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat dalam sampel. Sampel yang dianalisis menggunakan SEM-EDX adalah kaolin serta zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam.

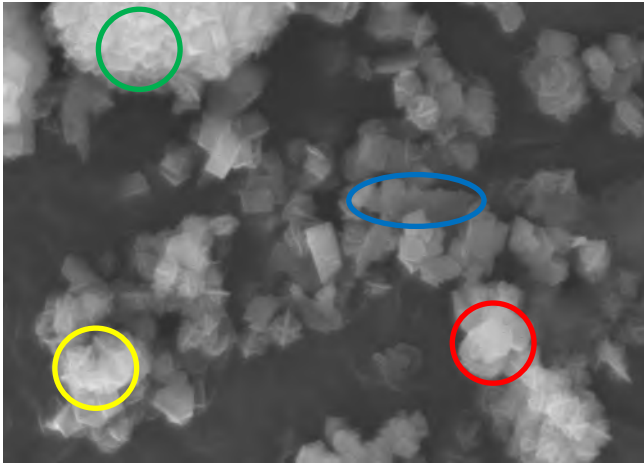
Gambar 4.3 (a) menampilkan morfologi dari *raw material* kaolin Bangka Belitung yang berbentuk lembaran atau lempengan. Morfologi tersebut sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Gougazeh dan Buhl (2014). Dalam penelitian tersebut morfologi kaolin yang dianalisis dengan SEM berupa lembaran dan secara umum berbentuk heksagonal.

Berdasarkan Gambar 4.3 (a-c) hasil sintesis memiliki morfologi yang tidak seragam. Zeolit Y hasil sintesis memiliki bentuk kristal oktahedral dengan ukuran agregat partikel $1.100\text{--}1.400\text{ nm}$ (lingkaran merah). Bentuk agregat tersebut sama seperti

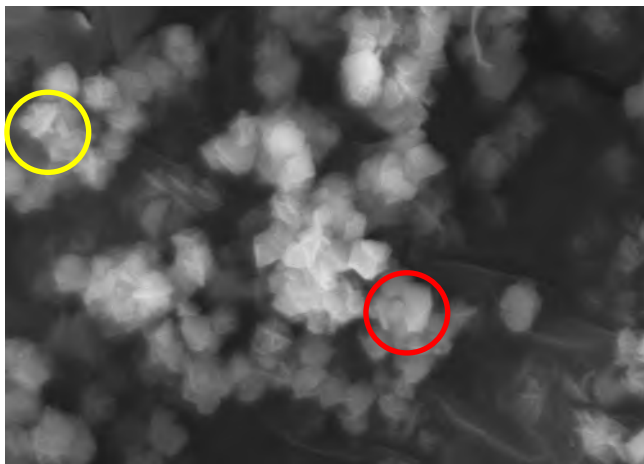
hasil penelitian yang dilakukan oleh Anggraini (2013). Informasi di atas mengonfirmasi data XRD dimana terdapat puncak karakteristik zeolit Y pada $2\theta = 9,95; 15,45; 20,04; 23,35; 26,69; 31,00^\circ$. Pada Gambar 4.3 (a-c) terdapat pula agregat yang memiliki bentuk tidak spesifik (seperti bunga) yang merupakan morfologi dari zeolit P (lingkaran kuning). Bentuk tersebut sama seperti pada hasil penelitian Rodrigues (2016) dimana zeolit P yang disintesis dari kaolin Brazil memiliki morfologi yang tidak spesifik dengan ukuran sekitar $5\ \mu\text{m}$. Hal tersebut memperkuat informasi yang ditunjukkan oleh data XRD dimana terdapat puncak khas zeolit P pada $2\theta = 12,36; 17,33; 21,71; 28,03; 34,98; 46,65^\circ$. Selain agregat partikel zeolit Y dan zeolit P, tampak pula bentuk agregat lain yang menggerombol. Agregat ini mengindikasikan adanya fase hidroksi sodalit (lingkaran hijau). Bentuk tersebut serupa dengan hidroksi sodalit yang disintesis oleh Nabavi (2014). Hasil analisis SEM tersebut memperkuat informasi dari data XRD yang menunjukkan puncak khas hidroksi sodalit pada sudut refleksi sekitar 14 dan 25° . Selain itu, mikrograf SEM pada Gambar 4 (b) menunjukkan adanya morfologi kaolin yang berbentuk lembaran (lingkaran biru). Hal ini memperkuat data dari spektroskopi inframerah bahwa masih terdapat sedikit kaolin yang belum bereaksi.



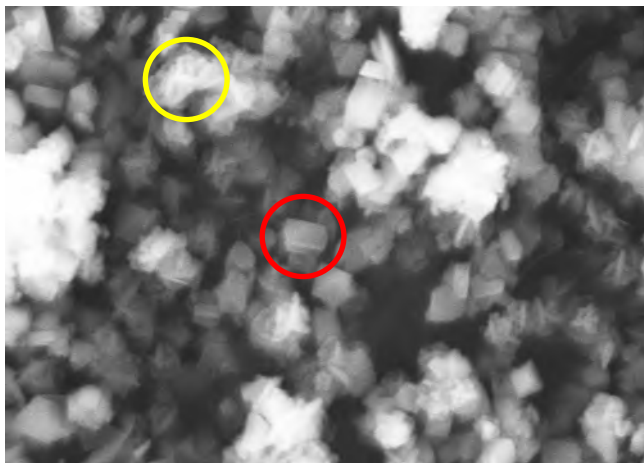
Gambar 4.4 Mikrograf SEM kaolin Bangka Belitung



Gambar 4.5 Mikrograf SEM sampel zeolit Y variasi 6 jam



Gambar 4.6 Mikrograf SEM zeolit Y variasi 12 jam



Gambar 4.7 Mikrograf SEM zeolit Y variasi 24 jam

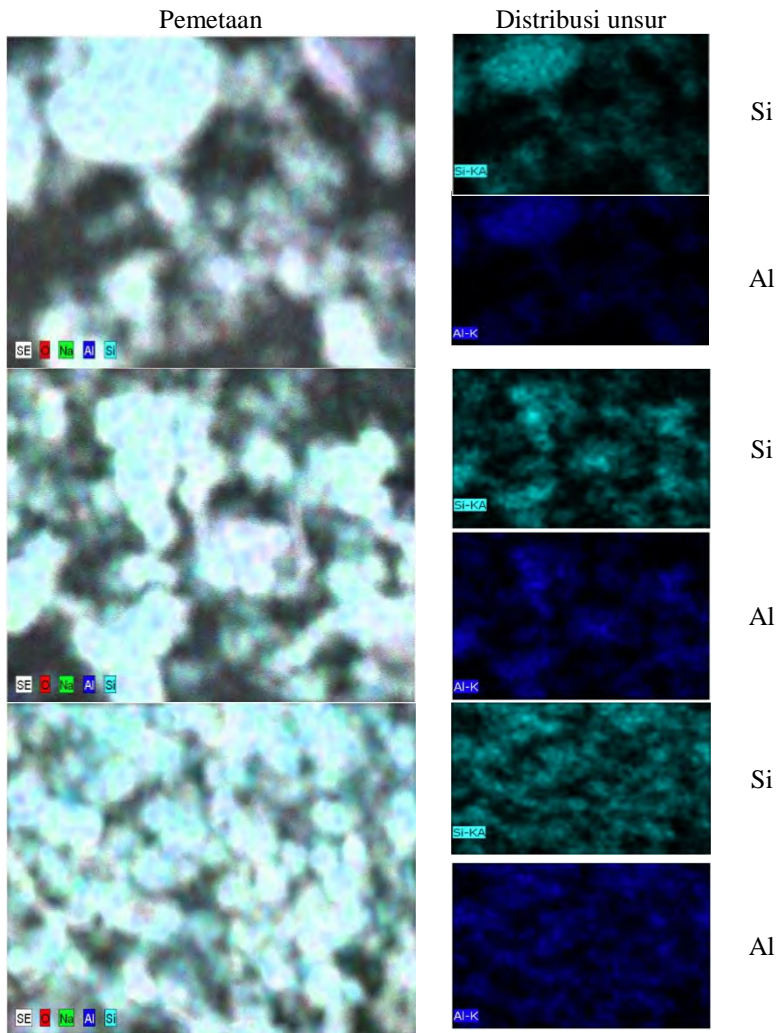
Analisis EDX digunakan untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat pada sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam. Hasil karakterisasi EDX ketiga sampel tersebut ditampilkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan hasil EDX diketahui bahwa ketiga

sampel zeolit Y yang dianalisis mengandung unsur-unsur yang digunakan sebagai prekursor yaitu Si, Al, Na dan O. Dari hasil perhitungan menggunakan data % atom Si dan Al diperoleh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ketiga sampel sekitar 1,70.

Tabel 4.4 Hasil analisis EDX sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam

Sampel	% Atom				Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
	Si	Al	Na	O	
6 Jam	2,93	3,44	4,66	88,97	1,70
12 Jam	2,32	2,76	4,10	90,83	1,68
24 jam	3,41	3,96	6,47	86,16	1,72

Distribusi komposisi unsur hasil sintesis dapat diketahui dari hasil pemetaan (*mapping*) pada SEM-EDX. Gambar 4.4 menunjukkan distribusi hasil sintesis zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam. Berdasarkan gambar 4.4 dapat diketahui bahwa unsur Si dan Al terdistribusi pada sampel hasil sintesis. Sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam memiliki distribusi Si dan Al yang hampir sama. Hal tersebut sesuai dengan perhitungan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari data EDX yang menunjukkan hasil yang hampir sama dari ketiga sampel tersebut.



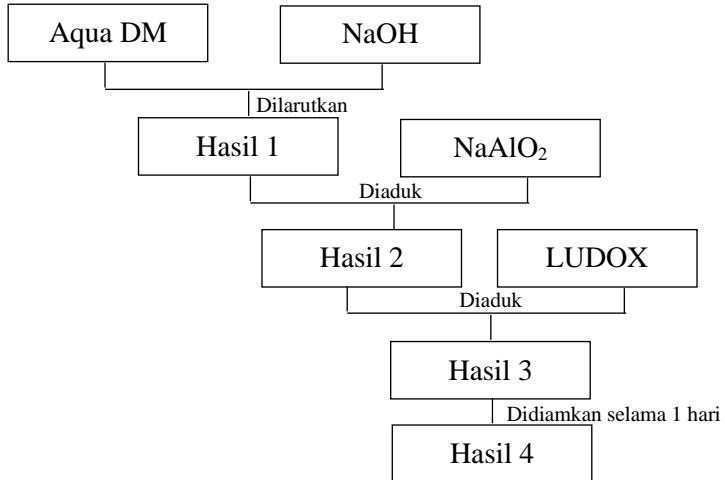
Gambar 4.4 Pemetaan unsur zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam

“Halaman sengaja dikosongkan”

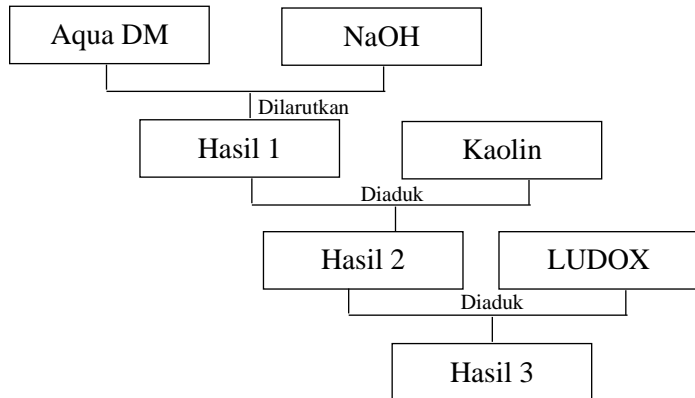
LAMPIRAN

Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit Y

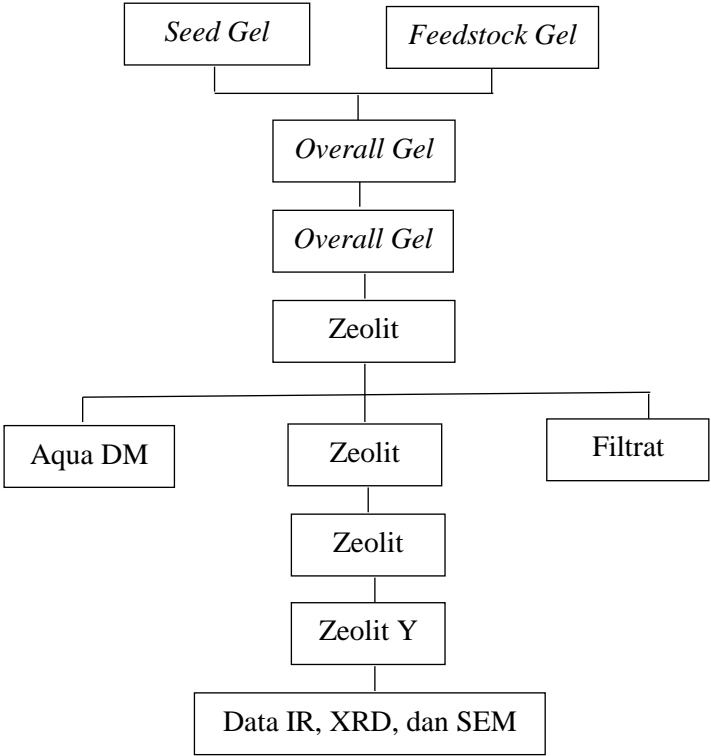
A1. Pembuatan *Seed Gel*



A2. Pembuatan Feedstock Gel



A3. Pembuatan Overall Gel



Lampiran B : Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y

B1. Persentase Komposisi Bahan

- a) NaAlO_2
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 - 56\%$, rata-rata = 53% ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Na}_2\text{O} = 40 - 45\%$, rata-rata = 42,5% ($M_r = 62 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05\%$
- b) Kaolin
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 22 \%$ ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 45,86 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
- c) LUDOX ($M_r = 60 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 30 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
 - $\text{H}_2\text{O} = 70 \%$ ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- d) Aqua DM ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- e) NaOH pellet = 99 % ($M_r = 40 \text{ g/mol}$)

B2. Pembuatan *Seed Gel*

Komposisi molar bahan untuk pembuatan *seed gel*

$\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 10,67 : 1 : 5 : 180$

- a) 1 mol Al_2O_3
 Massa NaAlO_2 yang dibutuhkan
 $\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = n \times M_r$
 $= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol}$
 $= 101,96 \text{ g}$

Persentase Al_2O_3 dalam NaAlO_2 adalah 53%, maka massa NaAlO_2 yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned} \text{Massa NaAlO}_2 &= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{53 \%} \\ &= \frac{101,96 \text{ g}}{53 \%} \\ &= 192,38 \text{ gram} \end{aligned}$$

- b) 5 mol SiO_2
 Massa LUDOX yang diperlukan
 $\text{Massa SiO}_2 = n \times M_r$

$$= 5 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol}$$

$$= 300,45 \text{ gram}$$

Persentase SiO_2 dalam LUDOX = 30 %, maka massa LUDOX yang harus diambil adalah

$$\text{Massa LUDOX} = \frac{\text{massa SiO}_2}{34,25\%}$$

$$= \frac{300,45 \text{ g}}{30 \%}$$

$$= 1001,5 \text{ gram}$$

c) 180 mol H_2O

Massa H_2O yang diperlukan

$$\text{Massa H}_2\text{O} = n \times \text{Mr}$$

$$= 180 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol}$$

$$= 3240 \text{ gram}$$

Persentase H_2O dalam LUDOX adalah 70 %

$$\text{Massa H}_2\text{O} = 70 \% \times \text{massa LUDOX}$$

$$= 70 \% \times 1001,5 \text{ g}$$

$$= 701,05 \text{ gram}$$

Sehingga gram H_2O yang harus diambil adalah

$$\text{Massa H}_2\text{O} = (3240 - 701,05) \text{ g}$$

$$= 2538,95 \text{ gram}$$

d) 10,67 mol Na_2O

Massa NaOH yang diperlukan

Persentase Na_2O dalam NaAlO_2 adalah 42,5%

$$\text{Massa Na}_2\text{O} = 42,5\% \times \text{massa NaAlO}_2$$

$$= 42,5\% \times 192,38 \text{ g}$$

$$= 81,76 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = \frac{81,76 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}}$$

$$= 1,32 \text{ mol}$$

maka NaOH yang perlu ditambahkan adalah

$$\text{mol NaOH} = (10,67 - 1,32) \text{ mol}$$

$= 9,35 \text{ mol}$ (ditambahkan dari NaOH)
 Penambahan NaOH $= 2 \times 9,35 \text{ mol}$
 $= 18,7 \text{ mol}$
 Gram NaOH yang harus ditambahkan $= 18,7 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$
 $= 748 \text{ gram}$
 Semua massa bahan dalam *seed gel* dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan *seed gel* adalah :
 NaAlO₂ $= 192,38 \text{ gram} : 100 = 1,92 \text{ gram}$
 LUDOX $= 1001,5 \text{ gram} : 100 = 10,01 \text{ gram}$
 H₂O $= 2679,16 \text{ gram} : 100 = 26,79 \text{ gram}$
 NaOH $= 748 \text{ gram} : 100 = \underline{7,48 \text{ gram}}$ +
 Massa total teoritis $= 44,81 \text{ gram}$

Tabel B.1 Komposisi Prekursor Pada *Seed Gel* 1/100 resep

<i>Seed Gel</i>	
Prekursor	Massa (gram)
NaAlO ₂	1,92
LUDOX	10,01
H ₂ O	26,79
NaOH	7,48
TOTAL	44,81

Untuk membuat *overall gel*, massa *seed gel* yang ditambahkan ke dalam feedstock gel adalah 4,02 gram (SiO₂/Al₂O₃=5) sehingga komposisi molar masing-masing bahan dalam *seed gel* ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel B.2 Komposisi Molar Masing-Masing Bahan Dalam 3,96 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Bahan	Mol	Gram
Na ₂ O	0,1067	0,1067 mol x 62 g/mol = 6,62 gram
Al ₂ O ₃	0,01	0,01 mol x 101,96 g/mol = 1,02 gram
SiO ₂	0,04	0,04 mol x 60 g/mol = 2,4 gram
H ₂ O	1,8	1,8 mol x 18 g/mol = 32,4 gram

Tabel B.2 Mol Komponen Dalam 3,96 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Mol Na ₂ O	= (4,02 g/44,81 g) x 0,1067 mol = 0,0096 mol
Mol Al ₂ O ₃	= (4,02 g/44,81 g) x 0,01 mol = 0,0009 mol
Mol SiO ₂	= (4,02 g/44,81 g) x 0,04 mol = 0,0045 mol
Mol H ₂ O	= (4,02 g/44,81 g) x 1,8 mol = 0,1613 mol

B3. Pembuatan Feedstock Gel

Perbandingan *feedstock gel* : *seed gel* yang harus ditambahkan untuk membentuk overall gel adalah 18 : 1.

Rasio perbandingan SiO₂ dan Al₂O₃ pada *feedstock gel* : *seed gel*

$$= (0,0810 + 0,0162) : (0,0045 + 0,0009)$$

$$= 0,0972 : 0,0045$$

$$= 18 : 1$$

Tabel B.3 Rasio SiO₂ dan Al₂O₃ pada *feedstock gel* : *seed gel* Pada Variasi 1

Spesi	Mol Al ₂ O ₃	Mol SiO ₂	Mol H ₂ O
<i>Seed gel</i>	0,0009	0,0045	0,1613
<i>Feedstock gel</i>	0,0162	0,0810	2,9160
Rasio terhadap Al ₂ O ₃	1	4	180

a) Massa kaolin yang diperlukan

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = n \times \text{Mr}$$

$$= 0,0162 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol}$$

$$= 1,652 \text{ gram}$$

Persentase Al₂O₃ dalam kaolin adalah 22%, maka massa kaolin yang harus diambil adalah

$$\text{Massa kaolin} = \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{22\%}$$

$$= \frac{1,652 \text{ g}}{22\%}$$

$$= 7,509 \text{ gram}$$

b) Massa LUDOX yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,0810 \text{ mol} \times 60,09 \text{ gr/mol} \\ &= 4,867 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO_2 dalam kaolin adalah 45,86%, maka massa SiO_2 dari kaolin adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 \text{ dari kaolin} &= 45,86\% \times \text{massa kaolin} \\ &= 45,86\% \times 7,509 \text{ gram} \\ &= 3,440 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO_2 dalam LUDOX adalah 30%, maka massa SiO_2 yang dibutuhkan dari LUDOX yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 \text{ dari LUDOX} &= (4,867 - 3,440) \text{ g} \\ &= 1,427 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa LUDOX yang dibutuhkan} &= \frac{1,427 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 4,757 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) Massa H_2O

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 2,916 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 52,488 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase H_2O dalam LUDOX adalah 70%

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= 70\% \times \text{massa LUDOX} \\ &= 70\% \times 4,757 \text{ g} \\ &= 3,330 \text{ gram}\end{aligned}$$

Sehingga massa H_2O yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= (52,488 - 3,330) \text{ g} \\ &= 49,158 \text{ gram}\end{aligned}$$

d) Massa NaOH

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH} &= 2 \times \text{Na}_2\text{O} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 2 \times (0,0162 \times 4,3) \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 5,5760 \text{ gram}\end{aligned}$$

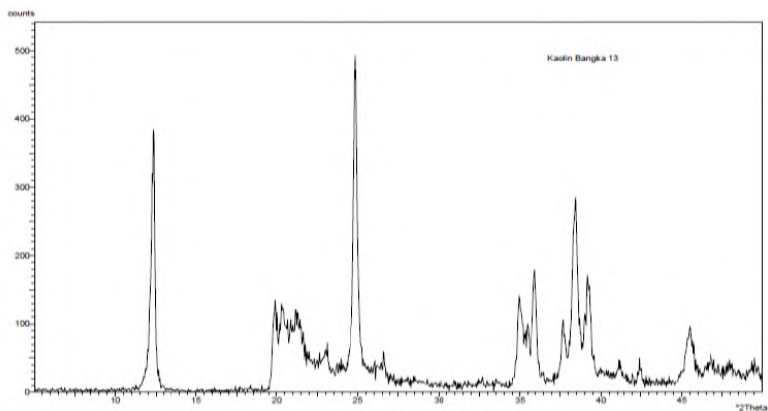
Tabel B.4 Komposisi Prekursor Pada *Feedstock Gel* 1/100 resep

<i>Feedstock Gel</i>	
Prekursor	Massa (gram)
Kaolin	7,509
LUDOX	4,757
H ₂ O	49,158
NaOH	5,576

Lampiran C : Data Karakterisasi

C1. Data XRD

C1.1 Kaolin Bangka Belitung



XPert Graphics & Identify
(searched) peak list: kaolin bangka 13

User-1
Date: 7/21/13 12:53

Description:
Investral Q/RKania ITS

Original scan: kaolin bangka 13
Scan created: 7/22/13 11:00
Description of scan:
Investral Q/RKania ITS

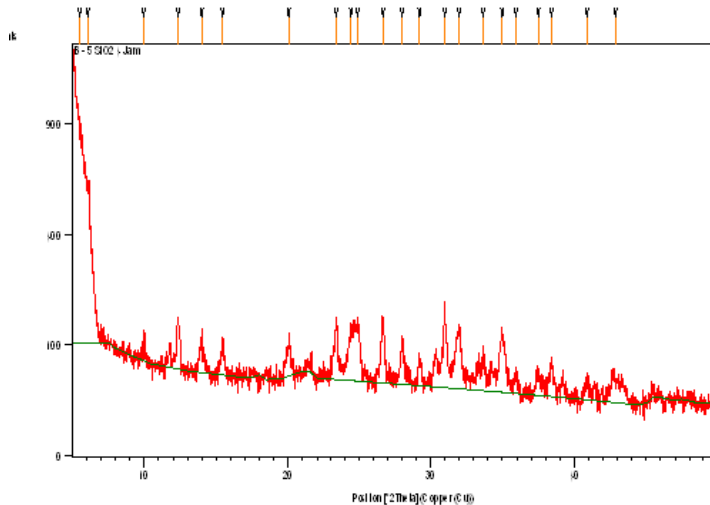
Used wavelength: K-Alpha
Wavelength (Å): 1.54056

Peak search parameter set:
Set created: 10/15/10 03:38
Peak positions defined by:
Minimum peak top width (°2Theta): 0.00
Maximum peak top width (°2Theta): 1.00
Peak base width (°2Theta): 2.00
Minimum significance: 0.50

As Measured Intensities
Minimum of 2nd derivative

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
7.17221	76.91	12.33067	369.90	3.21	0.16000	3.31
4.46475	23.99	19.86930	115.39	4.32	0.16000	1.00
4.36081	24.02	20.34787	115.52	5.05	0.20000	1.06
4.17699	21.81	21.25349	104.92	6.42	0.32000	0.87
3.86366	10.80	22.99967	51.95	9.07	0.16000	1.31
3.57883	100.00	24.85834	480.97	11.90	0.20000	5.27

C1.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 4 jam



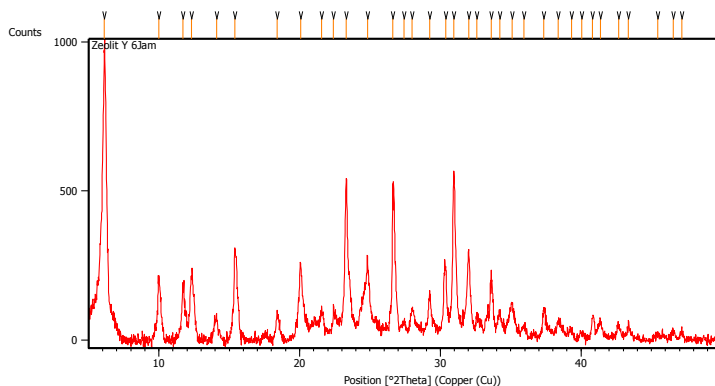
Date: 5/27/2016 Time: 1:18:58 PM

File: B - 5 SiO2 4 Jam

User: State Univ of Malang

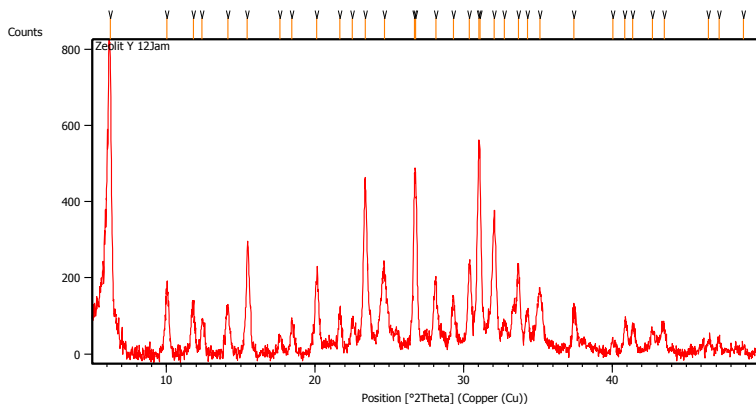
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.4988	801.55	0.9446	16.07192	100.00
6.0753	486.89	0.1574	14.54815	60.74
9.9509	29.01	0.2362	8.88905	3.62
12.3595	94.38	0.2362	7.16165	11.77
13.9919	57.15	0.3149	6.32956	7.13
15.4456	41.54	0.2362	5.73698	5.18
20.0416	52.57	0.3149	4.43053	6.56
23.3541	96.23	0.1574	3.80907	12.01
24.3620	81.82	0.3149	3.65372	10.21
24.8384	100.09	0.1574	3.58471	12.49
26.6908	110.05	0.1968	3.33998	13.73
28.0319	64.50	0.1968	3.18316	8.05
29.2626	30.41	0.2755	3.05204	3.79
31.0096	138.79	0.1574	2.88396	17.32
31.9811	90.08	0.3542	2.79853	11.24
33.6593	50.48	0.2362	2.66275	6.30
34.9796	94.73	0.2755	2.56521	11.82
35.9400	25.43	0.2362	2.49883	3.17
37.4894	30.04	0.2362	2.39905	3.75
38.4001	36.24	0.2362	2.34422	4.52
40.8780	22.40	0.2362	2.20766	2.79
42.8774	22.75	0.5760	2.10749	2.84

C1.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam



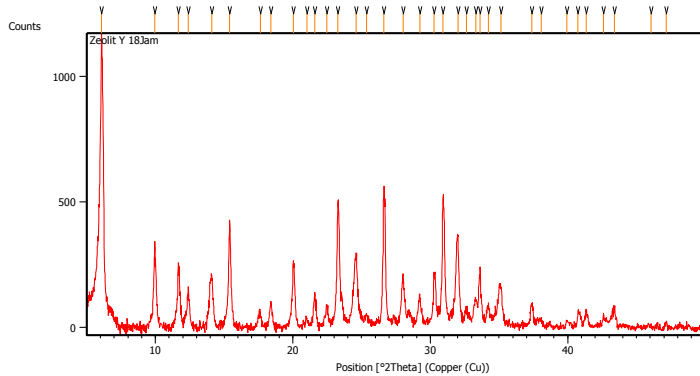
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1311	964.45	0.1171	14.41583	100.00
9.9864	210.69	0.2007	8.85756	21.85
11.7186	190.03	0.1673	7.55187	19.70
12.3224	212.50	0.2342	7.18312	22.03
14.1018	83.65	0.1338	6.28051	8.67
15.3789	310.74	0.0836	5.76170	32.22
18.4073	97.76	0.1338	4.82004	10.14
20.0594	262.61	0.1004	4.42663	27.23
21.5782	94.09	0.2007	4.11838	9.76
22.4138	122.69	0.0669	3.96670	12.72
23.3103	538.27	0.1004	3.81612	55.81
24.8274	268.36	0.1673	3.58627	27.83
26.6035	388.93	0.1004	3.35074	40.33
27.4315	60.20	0.2007	3.25145	6.24
28.0047	104.76	0.2342	3.18620	10.86
29.2476	151.41	0.1338	3.05356	15.70
30.3946	233.71	0.1004	2.94090	24.23
30.9461	532.34	0.1506	2.88973	55.20
32.0084	303.31	0.1506	2.79621	31.45
32.5776	85.54	0.1338	2.74864	8.87
33.6078	203.07	0.1673	2.66671	21.06
34.2298	88.54	0.2676	2.61966	9.18
35.0873	128.10	0.2007	2.55758	13.28
35.9307	44.99	0.2676	2.49946	4.66
37.3483	100.53	0.1673	2.40778	10.42
38.3717	59.06	0.2342	2.34589	6.12
39.3214	30.01	0.2676	2.29139	3.11
40.0409	19.73	0.3346	2.25186	2.05
40.8241	74.23	0.2007	2.21045	7.70
41.3651	63.88	0.2007	2.18278	6.62
42.6689	50.99	0.2007	2.11906	5.29
43.3768	55.78	0.1338	2.08610	5.78
45.4526	17.69	0.4684	1.99534	1.83
46.5523	27.27	0.2676	1.95093	2.83
47.1569	25.19	0.2007	1.92732	2.61

C1.4 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



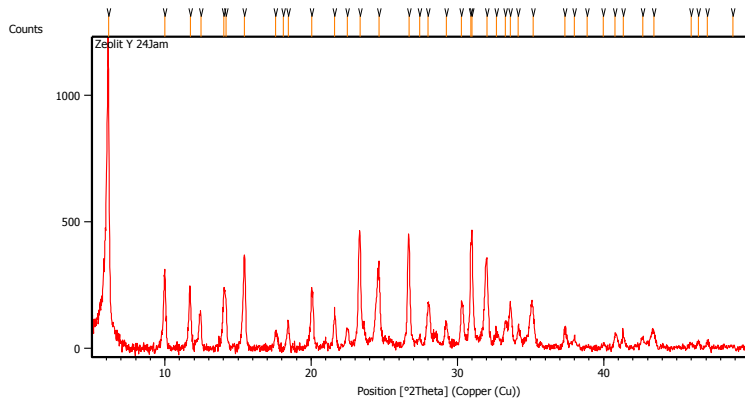
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2150	778.24	0.1506	14.22133	100.00
10.0217	169.14	0.2342	8.82639	21.73
11.8173	121.77	0.2676	7.48902	15.63
12.3830	78.99	0.1338	7.14812	10.13
14.1272	119.76	0.2007	6.26925	13.39
15.4508	273.90	0.1171	5.73504	35.20
17.6447	47.29	0.1338	5.02661	6.08
18.4318	86.04	0.1338	4.81368	11.06
20.1135	195.80	0.2007	4.41486	25.16
21.6800	106.33	0.2007	4.09927	13.69
22.5268	78.79	0.1673	3.94705	10.12
23.3777	463.36	0.1004	3.80528	59.56
24.6936	215.07	0.3346	3.60540	27.64
26.6827	412.07	0.1020	3.33822	52.95
26.7722	474.29	0.1171	3.33001	60.94
28.1509	185.44	0.1004	3.16998	23.83
29.3224	130.67	0.1673	3.04595	19.36
30.3773	236.95	0.1171	2.94253	30.45
31.0190	523.68	0.1020	2.88072	67.29
31.0912	551.61	0.0669	2.87658	70.88
32.0433	333.03	0.2342	2.79308	45.36
32.7377	79.82	0.2676	2.73557	10.26
33.6882	223.97	0.2007	2.66053	28.78
34.3248	106.92	0.2342	2.61263	13.74
35.1486	167.69	0.2007	2.55326	21.35
37.4074	103.43	0.2342	2.40412	13.29
40.0522	34.70	0.3346	2.25125	4.46
40.8605	81.97	0.2007	2.20856	10.53
41.3948	72.42	0.2007	2.18129	9.31
42.7243	58.81	0.2007	2.11644	7.56
43.4980	73.01	0.2342	2.08057	9.38
46.5001	31.61	0.2676	1.95300	4.06
47.1890	39.77	0.2007	1.92609	5.11
48.8431	18.42	0.2676	1.86466	2.37

C1.5 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.0820	1173.82	0.0836	14.53224	100.00
9.9421	309.44	0.1004	8.89686	26.36
11.6396	252.79	0.0669	7.58991	21.34
12.3896	144.43	0.1673	7.14432	12.30
14.0983	202.56	0.2676	6.28206	17.26
15.4099	427.36	0.1171	5.75018	36.41
17.8270	55.46	0.2007	5.03162	4.72
18.3951	95.67	0.1673	4.82320	8.15
20.0258	253.26	0.1338	4.43398	21.58
21.0160	36.18	0.2007	4.22725	3.08
21.6043	132.20	0.1171	4.11345	11.26
22.4866	81.85	0.1338	3.95402	6.97
23.2811	494.57	0.1004	3.82085	42.13
24.6228	287.23	0.0836	3.61561	24.47
25.3632	48.31	0.2007	3.51172	4.12
26.6229	534.17	0.0502	3.34834	45.31
28.0292	213.00	0.0836	3.18346	18.15
29.2321	133.95	0.1171	3.05515	11.41
30.2678	215.97	0.0502	2.95293	18.40
30.9186	486.27	0.1004	2.89224	41.43
32.0091	363.25	0.0669	2.79615	30.95
32.6367	64.20	0.2007	2.74380	5.47
33.3100	111.47	0.2007	2.68987	9.30
33.6353	240.48	0.0669	2.66459	20.49
34.2240	85.95	0.1673	2.62009	7.32
35.1311	161.05	0.3011	2.55449	13.72
37.3761	89.60	0.2007	2.40605	7.63
38.0791	29.73	0.3346	2.36323	2.33
39.9258	25.07	0.1673	2.25809	2.14
40.7524	60.06	0.1673	2.21417	5.12
41.3338	67.53	0.1673	2.18436	5.75
42.5849	42.71	0.1004	2.12304	3.64
43.4018	72.41	0.2007	2.08496	6.17
46.0572	11.47	0.8029	1.97074	0.98
47.1820	26.41	0.1673	1.92636	2.25

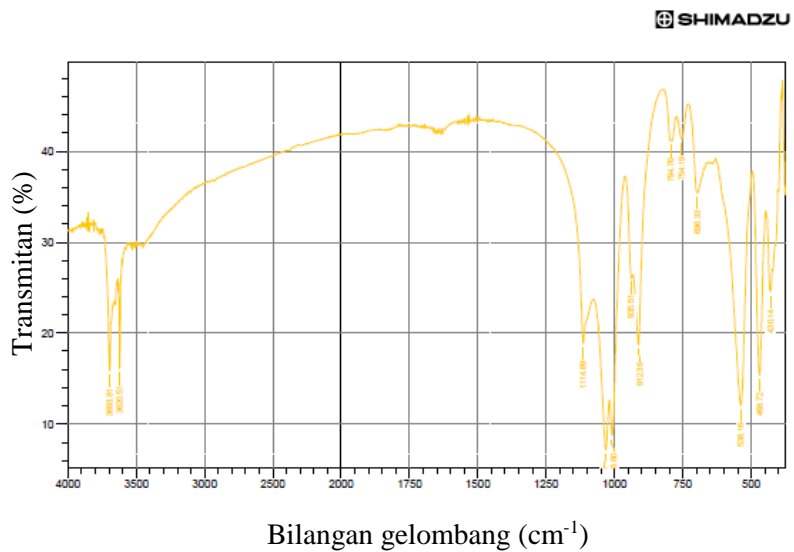
C1.6 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam



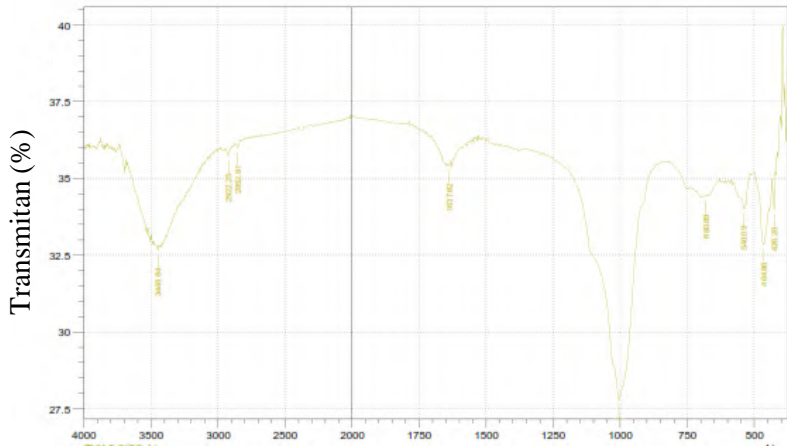
Pos. [°2Th]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1340	1116.30	0.1171	14.40912	100.00
9.9934	311.45	0.1338	8.85137	27.90
11.7366	232.27	0.1171	7.54032	20.81
12.4492	129.54	0.0836	7.11022	11.60
14.0354	239.78	0.0836	6.31006	21.48
14.1783	188.51	0.1004	6.24680	16.89
15.4476	367.82	0.1338	5.73624	32.95
17.5802	53.55	0.2342	5.04491	4.80
18.0876	0.38	0.5353	4.90450	0.03
18.4336	106.24	0.0836	4.81322	9.52
20.0368	239.87	0.1004	4.43158	21.49
21.6071	158.06	0.0836	4.11263	14.16
22.4753	78.11	0.2007	3.95598	7.00
23.3348	443.75	0.1338	3.81218	39.75
24.6252	345.30	0.1338	3.61327	30.92
26.6819	431.00	0.1171	3.34108	38.61
27.4235	43.60	0.2007	3.35250	3.91
28.0072	175.95	0.1004	3.18592	15.76
29.2303	100.28	0.1673	3.05333	8.98
30.2817	181.18	0.0836	2.95160	16.25
30.9044	388.33	0.0816	2.89114	34.79
31.0017	457.06	0.0669	2.88468	40.94
32.0163	354.24	0.0836	2.79554	31.73
32.6849	58.71	0.2676	2.73987	5.26
33.2753	107.55	0.1673	2.69259	9.63
33.6036	186.16	0.0836	2.66703	16.68
34.1692	84.02	0.1338	2.62417	7.53
35.1661	162.67	0.1673	2.55203	14.57
37.3508	73.34	0.1338	2.40762	6.57
38.0033	38.39	0.2676	2.36778	3.44
38.8818	5.48	0.4015	2.31628	0.49
39.9869	14.69	0.2007	2.25478	1.32
40.7842	56.08	0.2007	2.21252	5.02
41.3440	50.06	0.1673	2.18385	4.48
42.6751	42.16	0.2342	2.11876	3.78
43.4528	61.94	0.2007	2.08263	5.55
45.9973	14.58	0.2676	1.97317	1.31
46.4714	23.30	0.2007	1.95414	2.00
47.1010	23.02	0.2007	1.92948	2.06
48.8456	5.64	0.3546	1.86464	0.31

C2. Data FTIR

C2.1 Kaolin Bangka Belitung



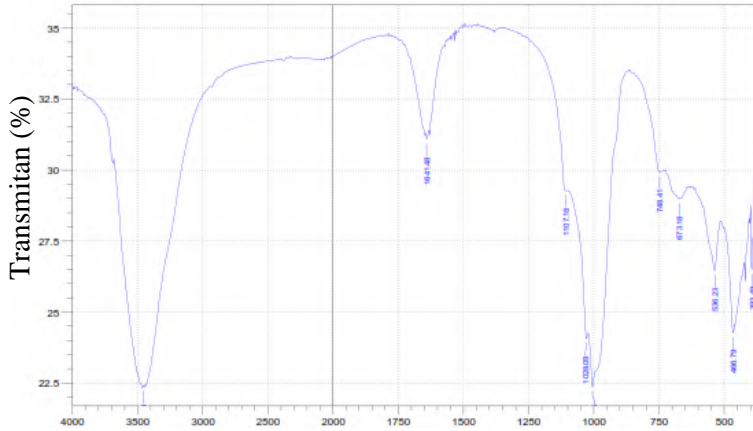
C2.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 4 jam



Bilangan gelombang (cm^{-1})

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	426.28	33.99	1.194	434	422.42	5.352	0.095
2	464.06	32.85	1.567	495.72	445.57	23.631	0.473
3	540.09	34.01	0.54	547.5	513.01	13.173	0.126
4	650.99	34.422	0.029	654.75	673.11	4.466	0.002
5	1004.95	27.772	7.699	1222.91	866	173.44	13.69
6	1637.62	35.42	0.059	1639.55	1631.83	3.473	0.004
7	2952.81	35.996	0.207	2972.1	2937.36	15.366	0.043
8	2922.25	35.726	0.259	2945.4	2906.75	16.324	0.057
9	3448.04	32.64	0.106	3460.41	3444.96	7.403	0.016

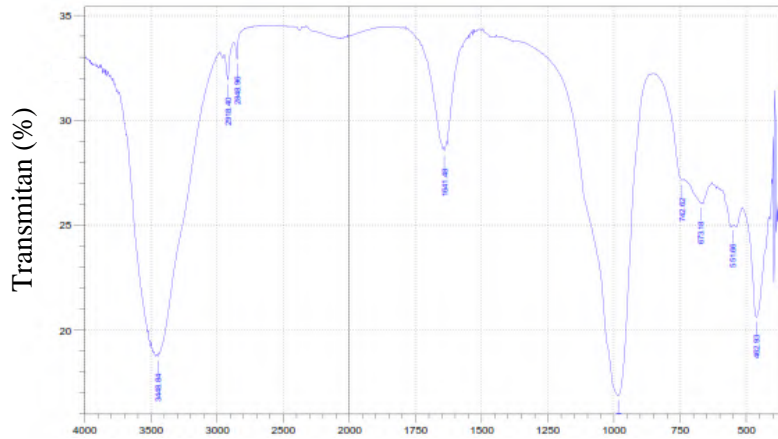
C2.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam



Bilangan gelombang (cm^{-1})

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	393.49	26.497	1.607	399.26	389.63	5.445	0.145
2	466.79	24.274	0.786	501.51	461	23.536	-0.012
3	536.23	26.463	1.914	580.59	515.01	36.797	1.011
4	673.16	26.96	0.134	725.26	667.39	30.829	0.136
5	746.41	29.923	0.212	850.64	742.62	53.426	0.044
6	1004.95	22.364	2.665	1020.36	877.64	60.674	3.293
7	1028.09	24.056	0.592	1099.46	1022.31	43.536	0.069
8	1107.16	29.264	0.215	1257.63	1101.39	75.43	0.049
9	1641.46	31.066	0.253	1645.33	1633.76	5.65	0.016
10	3458.46	22.369	0.015	3460.41	3454.62	3.761	0

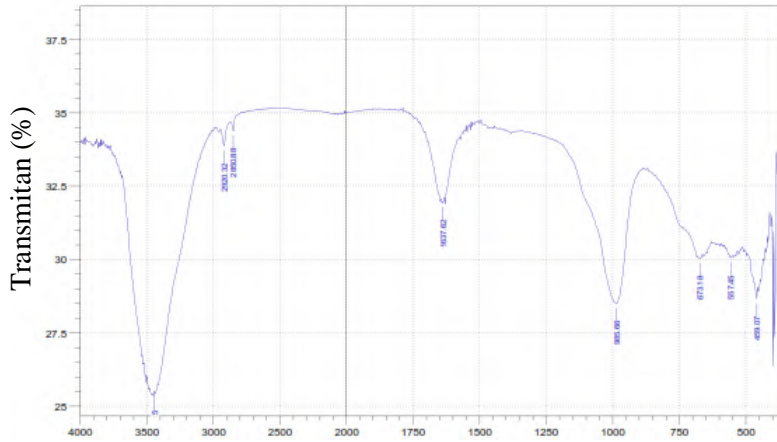
C2.4 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



Bilangan gelombang (cm^{-1})

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	462.93	20.602	5.004	515.01	414.71	63.527	4.194
2	551.66	24.953	0.017	553.59	545.67	4.049	0.001
3	673.18	26.021	0.072	715.61	671.25	25.631	0.048
4	742.62	27.131	0.315	839.06	736.63	53.626	0.149
5	983.73	16.664	15.632	1269.2	864.14	237.457	40.764
6	1641.45	28.534	0.216	1643.41	1631.03	6.264	0.015
7	2648.96	32.906	1.017	2672.1	2606.45	29.992	0.172
8	2918.4	31.909	1.442	2945.4	2877.89	32.594	0.448
9	3448.84	18.723	0.164	3456.55	3444.96	8.402	0.019

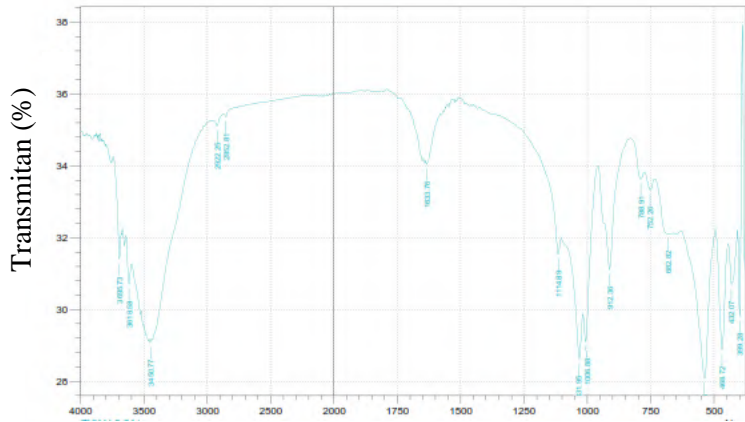
C2.5 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam



Bilangan gelombang (cm^{-1})

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	459.07	29.655	0.516	495.72	455.22	21.461	0.079
2	257.45	30.054	0.106	565.16	251.66	7.037	0.01
3	673.16	30.026	0.101	660.59	563.53	9.059	0.017
4	965.66	28.499	4.876	1209.41	859.21	160.456	5.638
5	1637.62	31.947	0.054	1639.55	1631.63	3.616	0.002
6	2920.32	34.371	0.425	2872.1	2827.74	20.414	0.077
7	2920.32	33.87	0.665	2945.4	2872.1	34.01	0.202
8	3443.05	25.433	0.057	3444.95	3441.12	2.282	0.002

C2.6 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 18 jam

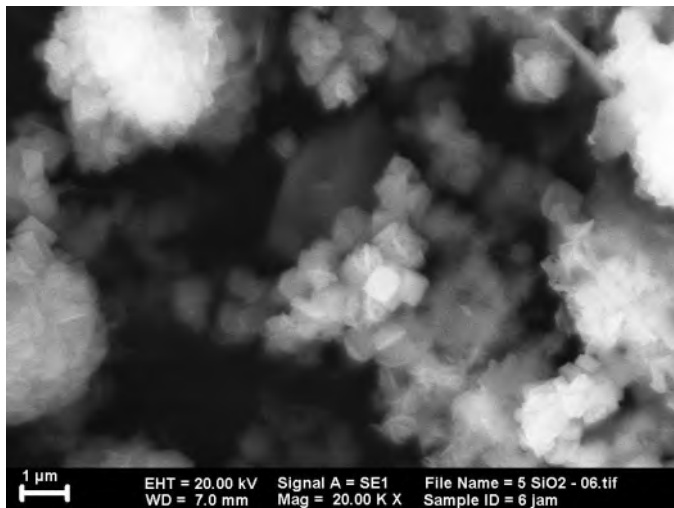
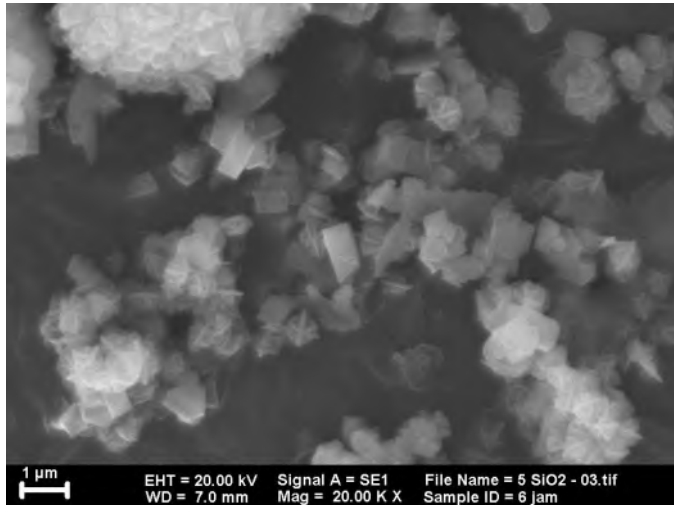


Bilangan gelombang (cm^{-1})

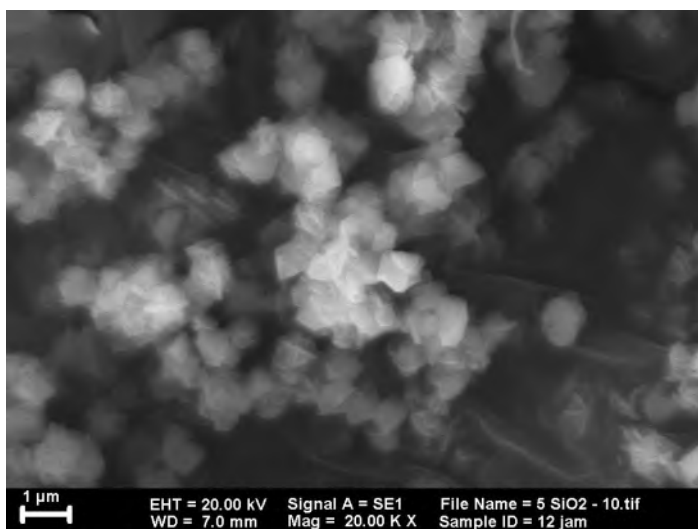
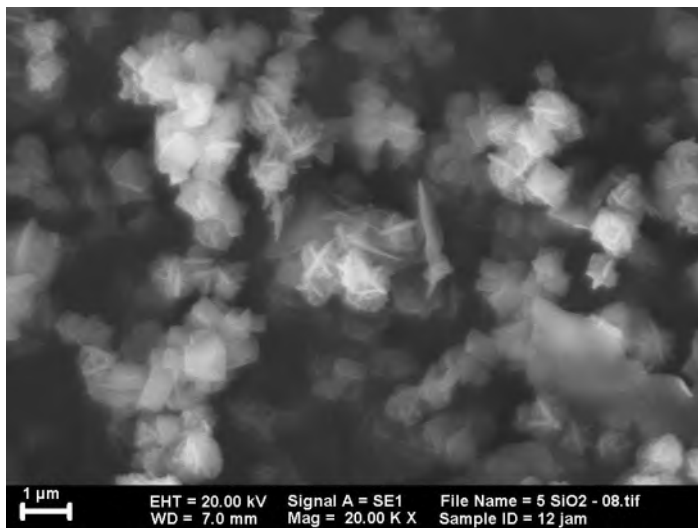
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.25	29.001	4.701	406.99	399.63	5.524	0.626
2	432.07	30.696	0.336	443.64	426.21	7.516	0.03
3	466.72	26.877	3.142	493.79	445.57	24.673	1.022
4	535.15	26.094	4.125	630.74	495.72	69.503	3.075
5	652.52	32.095	0.166	732.97	677.04	27.156	0.123
6	752.26	33.323	0.396	775.41	732.97	20.131	0.101
7	766.91	33.629	0.429	829.42	775.41	25.201	0.095
8	912.36	31.111	1.775	933.56	829.42	49.715	0.329
9	1006.55	29.096	1.46	1016.52	960.55	25.024	0.356
10	1031.95	26.617	1.597	1103.32	1016.45	43.584	0.436
11	1114.59	31.531	0.673	1265.35	1103.32	76.271	-0.723

C3. Mikrograf SEM

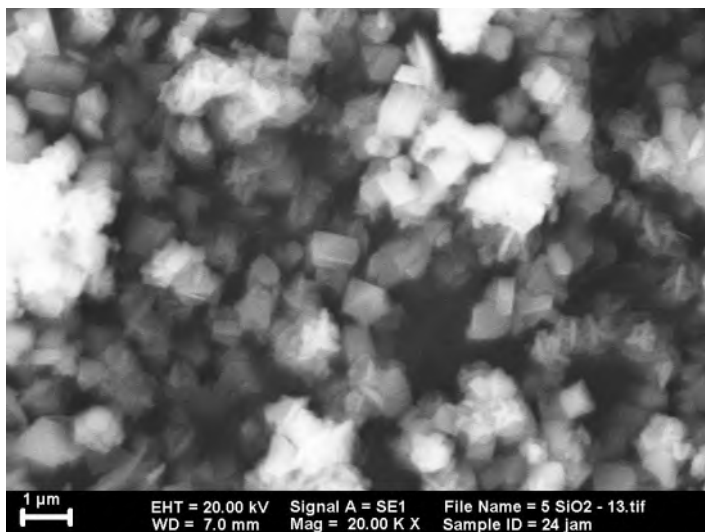
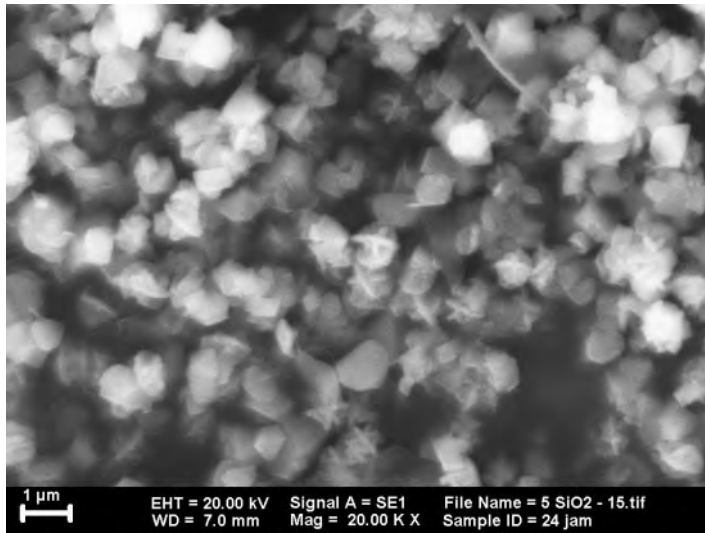
C3.1 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam



C3.2 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

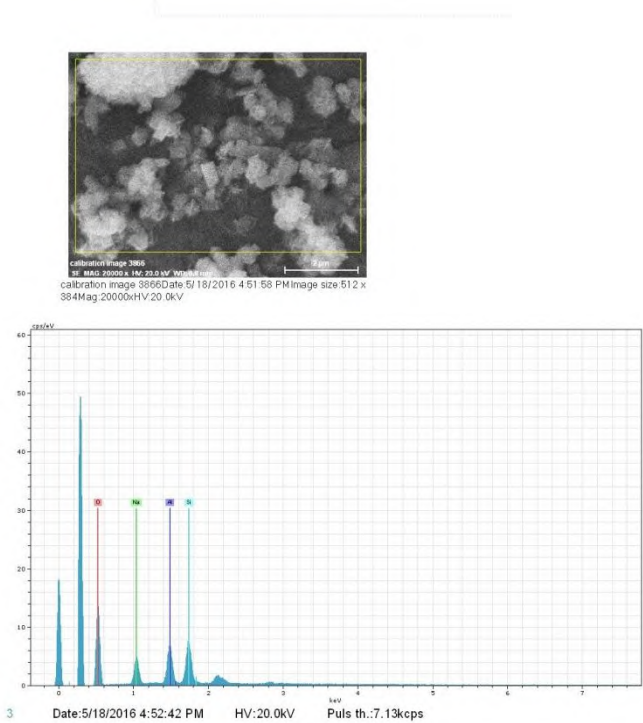


C3.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam



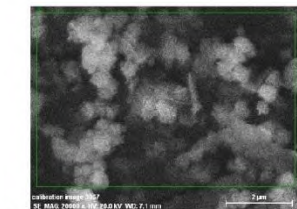
C4. Data EDX

C4.1 Komposisi Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ 5 dengan Waktu Hidrotermal 6 jam

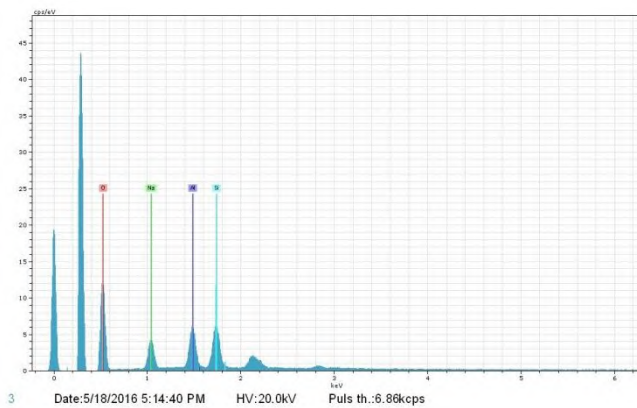


El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	83.46	83.46	88.97	1.9
Na	11	K-series	6.28	6.28	4.66	0.4
Al	13	K-series	5.43	5.43	3.44	0.3
Si	14	K-series	4.82	4.82	2.93	0.2
Total:			100.00	100.00	100.00	

C4.2 Komposisi Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

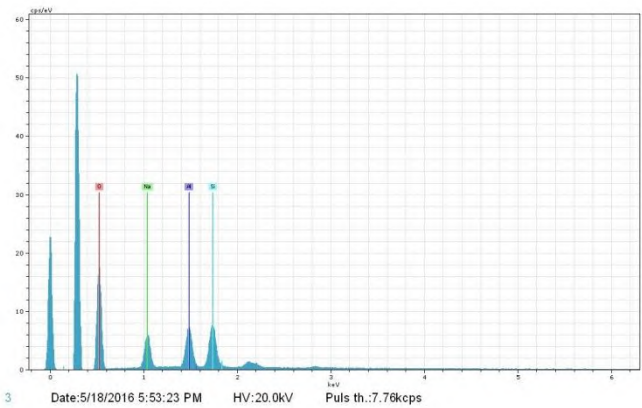
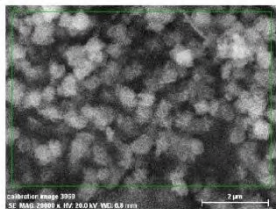


calibration image 3867 Date: 5/18/2016
5:13:58 PM Image size: 512 x
384 Mag: 20000x HV: 20.0kV



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	86.15	86.15	90.83	1.8
Na	11	K-series	5.58	5.58	4.10	0.4
Al	13	K-series	4.41	4.41	2.76	0.2
Si	14	K-series	3.86	3.86	2.32	0.2
Total:			100.00	100.00	100.00	

C4.3 Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 24 jam



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	79.69	79.69	86.16	1.8
Na	11	K-series	8.59	8.59	6.47	0.6
Al	13	K-series	6.18	6.18	3.96	0.3
Si	14	K-series	5.53	5.53	3.41	0.3
Total:			100.00	100.00	100.00	

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan kesimpulan bahwa waktu kristalisasi memengaruhi hasil sintesis zeolit Y dari kaolin secara langsung. Dari hasil karakterisasi XRD dan spektroskopi inframerah kristal zeolit Y terbentuk mulai waktu kristalisasi 4 jam. Intensitas kristal terus meningkat hingga waktu hidrotermal 12 jam, setelah itu mengalami penurunan pada 18 hingga 24 jam. Dalam padatan hasil sintesis terdapat fase pengotor yakni zeolit P yang terbentuk dengan intensitas yang meningkat mulai waktu hidrotermal 4 hingga 12 jam.

Intensitas fase zeolit P mengalami penurunan pada 18 hingga 24 jam. Selain itu, terdapat pula fase pengotor lain yaitu hidroksi sodalit yang terbentuk dengan intensitas yang meningkat pada waktu hidrotermal 4 hingga 24 jam.

Waktu hidrotermal tidak begitu berpengaruh terhadap ukuran agregat partikel zeolit Y yang terbentuk. Berdasarkan data SEM didapatkan ukuran agregat partikel sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam yang relatif tidak jauh berbeda yaitu sekitar 1.100-1.400 nm. Hasil analisis EDX menunjukkan bahwa sampel zeolit Y hasil sintesis variasi 6, 12 dan 24 jam memiliki rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang tidak jauh berbeda yaitu secara berturut-turut 1,70; 1,68; 1,72. Dari hasil pemetaan unsur diketahui bahwa sampel zeolit Y variasi 6, 12 dan 24 jam memiliki distribusi unsur Si dan Al yang seragam.

5.2 Saran

Perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang faktor lain yang dapat meningkatkan intensitas fase zeolit Y yang disintesis secara langsung dari kaolin. Adapun faktor-faktor tersebut antara lain jumlah NaOH, suhu hidrotermal dan waktu pemeraman.

DAFTAR PUSTAKA

- Arjita, R., Gautam, C. K. D. dan Pal, T. K. 2002. "Synthesis and Characterization of Detergent-Grade Zeolite from Indian Clay". *Chemical Engineering Technology*, 25 (1), 91–95.
- Auerbach, S. M., Carrado, K. A., & Dutta, P. K. 2003. "Handbook of Zeolite Science and Technology". New York: Marcel Dekker, Inc.
- Ayele, L., Perez-Pariente, J., Chebude, Y., Díaz, I. 2015. "Synthesis of Zeolite A from Ethiopian Kaolin". *Microporous and Mesoporous Materials*, 215, 29-36.
- Barrer, R.M., 1982. "Hydrothermal Chemistry of Zeolites". London: Academic Press.
- Breck, D.W., 1987. "Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing". New Jersey: Noyes Publications.
- Cejka, J., Wichterlová, B., 2002. "Catalysis Review". *Science and Engineering*, 44, 375.
- Chandrasekhar, S., dan Premada, P.N. 1999. "Investigation on Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin". *Journal of Porous Materials*, 6, 283–297.
- Cheetam, D., A. 1992. "Solid State Compound". USA: Oxford university press, 234-237.
- Chester dan Derouane, E.G., 2009. "Zeolite Characterization and Catalysis". London: Springer.
- Ewing dan Galen, W. 1985. "Instrumental Methodes of Chemicals Analysis 5th Edition". New York: McGraw-Hill Book Company.
- Flanigen, E.M., Robert, W.B., Stephen, T.W. 2010. "Zeolite in industrial separation and catalyst", In: Kulprathipanja, S. (Ed.), Introduction. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, 1-26.

- Gedde, U. W. 1995. "Polymer Physics First Edition". London: Chapman & Hall.
- Gill, B. C., K., Szczerbin'ska, M., Datka, J. 2007. "Basic Sites in Zeolites Followed by IR Studies of NO⁺". *Applied Catalyst A: General*, 319, 64-71.
- Hamdan, H. 1992. "Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modifications". Kuala Lumpur: University Teknologi Malaysia.
- Hildebrando, E. A., Giansesi, C., Augusto, C., Simões, R., Rolando, F., Roberto. 2014. "Synthesis and Characterization of Zeolite NaP Using Kaolin Waste as a Source of Silicon and Aluminum". *Materials Research*, xx
- Hirscher, M. 2009. "Handbook of Hydrogen Storage: New Materials for Future Energy Storage. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA.
- Hiyoshi, N. 2012. "Nanocrystalline sodalite: Preparation and Application to Epoxidation of 2-cyclohexen-1-one with Hydrogen Peroxide". *Applied Catalyst A: General*, 419-420, 164-169.
- Iliyas, A., Al-Khattaf, S., 2004. "Xylene Transformation over USY Zeolite: An Experimental Kinetic Study". *Applied Catalysis*, 269, 225-236.
- Kahraman, Sibel, Önal, M., Sarıkaya, Y., Bozdoğan, I. 2005. "Characterization of Silica Polymorphs in Kaolins by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment". *Analytica Chimica Acta*, 552, 201–206.
- Karimi, R., Bayati, B., Aghdam, N.C., Ejtemaee, M., Babaluo, A.A., 2012. "Studies of the Effect of Synthesis Parameters on ZSM-5 Nanocrystalline Material During Template-hydrothermal Synthesis in the Presence of Chelating Agent". *Powder Technology*, 229, 229-236.
- Kasmui, Zaenal Muhlisin dan Woro Sumarni. 2009. "Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan

- Metode Mekanika Molekuler”. In *donesian Journal of Chemical Science*, 2 (1), 13-17
- Kovo, A. S., Hernandez, O. dan Holmes, S. M. 2009. “Synthesis and Characterization of Zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin Using A Novel, Lower Temperature, Metakaolinization Technique. *Journal of Material Chemistry*, 19, 6207-6212.
- Liu, X., Yan, Z., Wang, H., Luo, Y. 2003. In-situ Synthesis of NaY Zeolite with Coal-Based Kaolin. *Journal of Natural Gas Chemistry*, 12, 63-70
- Lobachev, A. N., 1973. “Crystallization Processes Under Hydrothermal Conditions”. New York: Consultants Bureau.
- Mahardika, L. I. A. 2013. “Sintesis Zeolit Y Mesopori dari Kaolin melalui Fase Metakaolin”. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Marcelo, L., Mignoni, D. I. P., Nadia, R. C., Fernandes, M. dan Pergher, B. C. 2007 “Synthesis of Mordenite Using Kaolin as Si and Al Source. *Applied Clay*, 6.
- Matti, A. H. Dan Surchi, K. M. 2014. “Comparison the Properties of Zeolite Nay Synthesized by Different Procedures”. *IJIRSET*, 3, 6.
- Mezni, M., Hamzaoui, A., Hamdi, N., Srasa, E. 2011. “Synthesis of zeolite from the low-grade Tunisian natural illite by two different methods”. *Applied Clay Science*, 52, 209-218.
- Mohamed, R. M., Mkhalid, I. A., Barakat dan M.A. 2015. “Rice Husk Ash as a Renewable Source for The Production of Zeolite NaY and Its Characterization”. *Arabian Journal of Chemistry*, 8, 48-53.
- Murray, H.H., 2000. “Traditional and New application for Kaolin, smectite, and Palygorskite: a general Overview”. *Applied Clay Science*, 17, 207-221.
- Murray, H.H., 2007. “Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites,

- Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays". Elsevier's Science & Technology Right Department in Oxford, UK.
- Musyoka, N. M., Missengue, R., Kuisakana, M., Petrik, L. F., 2014. "Conversion of South African clays into high quality zeolites", *Applied Clay Science*, 97-98, 182-186.
- Nur, M.A dan Adijuwana, H. 1989. "Spektroskopi". Bogor: Pusat Antar Universitas, Institut Pertanian Bogor.
- Oyinade, A., Kovo, A. S., Hill, P. 2016. "Synthesis, Characterization and Ion Exchange Isotherm of Zeolite Y using Box–Behnken Design". *Advanced Powder Technology*, 27, 750-755.
- Othmer, K., 1993. "Encyclopedia of Chemical Technology". New York: Wiley Interscience.
- Perego, C., Villa P., 1997. "Catalyst Preparation Methods". *Catalysis Today*, 34, 281-305.
- Prasad, M.S., Reid, K.J., Murray, H.H. 1991. "Kaolin: processing, properties and applications". *Applied Clay Science*, 6, 87-119.
- Rahman, M.M., Hasnida, N., dan Nik, W.B.W. 2009. "Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Hush as a Silica Source". *Journal of Scientific Research*, 1 (2), 285-291.
- Rashad, A.M. 2013. "Metakaolin as Cementitious Material: History, Scours, Production and Composition A Comprehensive Overview". *Construction and Building Materials*, 41, 303-318.
- Rayalu, S. S., Udhoji, J. S., Meshram, S. U., naidu, R. R., Devotta, S. 2005. " Estimation of Crystallinity in Fly Ash-based Zeolite-A using XRD and IR spectroscopy". *Current Science*, 89, 12.
- Rios, C.A., Williams, C.D., Fullen, M.A. 2009. "Nucleation and Growth History of Zeolite LTA Synthesized from Kaolinite by two Different Methods". *Applied Clay Science*, 42, 446-454.

- Robson, H. dan Lillerud, K. 2001. "Verified Synthesis of Zeolitic Materials". Second revised edition. Elsevier Science.
- Sibilia, P. 1996. "Guide to Material Characterization and Chemical Analysis Second Edition. New York: *John Willey-VCH*
- Skoog, Douglas., Holler, J.F., Crouch, S.R. 1998. "Principles of Instrumental Analysis Sixth Edition. Canada: Thomson Brooks Cole.
- Smart, L., Moore, E., 1993. "Solid State Chemistry: An Introduction". London: Chapman & Hall University and Professional Division.
- Smith K. C. A. dan Oatley C. W. 1955. "The Scanning Electron Microscope and Its Fields of Application". *British Journal of Applied Physics*, 6, 391.
- Wang, P., Shen, B., Shen, D., Gao, J., 2007. "Synthesis of ZSM-5 Zeolit from Expanded Perlite and its Catalytic Performance in FCC Gasoline Aromatization". *Catalysis Today*, 125, 155-162.
- Wang, P., Shen, B., Shen, D., Peng, T., Gao, J., 2007." Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Expanded Perlite/Kaolin and its Catalytic Performance for FCC Naptha Aromatization". *Catalysis Communications*, 8, 1452-1456.
- Weller, M.T. 1996. "Inorganic Material Chemistry". US New York: Oxford University Press
- West A.R. 1984. "Solid State Chemistry and Its Applications". New York: John Wiley & Sons.
- Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., Chen, J. 2007. "Chemistry of zeolite and related porous materials". John Wiley & Sons, Inc.
- Yao, J., Zhang, L., Wang, H. 2008. "Synthesis of Nanocrystalline Sodalite with Organic Additives". *Materials Letters*, 62, 4028-4030.
- Zahro, A., Amalia, S., Kustono, T. A., Aini N. 2014. "Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu Variasi

Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode Sol Gel Hidrotermal”. Malang: UIN MMI

Zhao, J., Wang, G., Qin, L., Li, H., Chen, Y. dan Liu, B. 2016. “Synthesis and Catalytic Cracking Performance of Mesoporous Zeolite Y”. *Catalysis Communications*. 73, 98–102

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Ahmad Junaydi dan biasa dipanggil Junaydi, lahir di Lamongan pada tanggal 1 Juni 1994, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Pertiwi VIII (1998-2000), SDN Gempolpendowo (2000-2006), SMPN 1 Lamongan (2006-2009) dan SMAN 2 Lamongan (2009-2012). Pada tahun 2012 penulis diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN Undangan serta terdaftar dengan NRP. 1421 100 039. Selama masa kuliah penulis aktif dalam organisasi kemahasiswaan LDJ Kimia ITS Chemistry Islamic Studies (CIS) sebagai ketua Departemen Syiar periode 2014/2015. Penulis pernah menjadi tim soal pada *big event* Jurusan Kimia ITS Chemistry Week 6 pada tahun kedua. Pada semester 7 penulis mendapatkan Juara 3 OSN Pertamina Kategori Teori tingkat Provinsi Jawa Timur. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di Laboratorium Pengendalian Proses PDAM Ngagel Surabaya selama kurang lebih 1 bulan. Pada akhir masa studi penulis melakukan penelitian tentang sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung secara langsung dengan variasi waktu kristalisasi di bawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi para pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang ilmu Kimia.